

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER

VERTRETEN DURCH

H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

174. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 13 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 5. MAI 1960)



SPRINGER-VERLAG · BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN

1960

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel, und München, J.F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J.F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die „Zeitschrift für analytische Chemie“ erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen“ selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind. Der Autor verpflichtet sich, sie auch nachträglich nicht an anderer Stelle zu publizieren. Mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag geht das Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder einschließlich des Rechts der fotomechanischen Wiedergabe oder einer sonstigen Vervielfältigung an den Verlag über. Jedoch wird gewerblichen Unternehmen für den innerbetrieblichen Gebrauch nach Maßgabe des zwischen dem Börsenverein des Deutschen Buchhandels e.V. und dem Bundesverband der Deutschen Industrie abgeschlossenen Rahmenabkommen die Anfertigung einer fotomechanischen Vervielfältigung gestattet. Wenn für diese Zeitschrift kein Pauschalabkommen mit dem Verlag vereinbart worden ist, ist eine Wertmarke im Betrage von DM 0,30 pro Seite zu verwenden. Der Verlag läßt diese Beträge den Autorenverbänden zufließen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie“ enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

**Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.**

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1\frac{1}{2}$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag

Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30

Fernsprecher 27901

Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3

Fernsprecher 830301

J. F. Bergmann

München 27, Trogerstraße 56

Fernsprecher 440535

Band 174

Inhaltsverzeichnis

(Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

GEIGER, M., und R. FÜRER, Über die analytische Bestimmung von O,O-Dimethyl-2,2-dichlorvinylphosphat (DDVP)	401
NIEDERMAIER, T., Einfache und universell anwendbare Arbeitstechnik zur Handhabung luft- und feuchtigkeitsempfindlicher Substanzen. Mit 4 Textabbildungen	407
BERMEJO MARTINEZ, F., und M. GUERRERO ABELLA, Analytische Anwendungen der Chelone. XXVIII. Nachweis von Kupfer(II) mit 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure	411
EISENBRAND, J., und H. MEYER, Beiträge zur Fluorimetrie. III. Die fluorimetrische Bestimmung der Naphthionsäure unter Verwendung von kurzwelligem UV-Licht (313 nm). Mit 6 Textabbildungen	414
ISSA, I. M., and M. HANDY, Oxidations with Potassium Permanganate in the Presence of Fluoride. III. Determination of Chromium(III) and Vanadium(IV)	418

Fortsetzung Seite 3

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Über die analytische Bestimmung von 0,0-Dimethyl-2,2-dichlorvinylphosphat (DDVP)

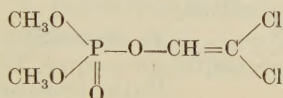
Von

M. GEIGER und R. FÜRER

(Eingegangen am 29. Dezember 1959)

Unter den in den letzten Jahren gefundenen synthetischen Insecticiden ist das DDVP (*O,O*-Dimethyl-2,2-dichlorvinylphosphat) ein Vertreter der Phosphorsäureestergruppe mit besonders hoher und rasch eintretender Wirksamkeit.

Die Verbindung wurde unabhängig voneinander zuerst von Chemikern der Ciba Aktiengesellschaft, Basel², und später von amerikanischen Wissenschaftlern⁵ sowie von deutschen Forschern^{1b} gefunden und entspricht der Formel



Die Substanz ist eine wasserhelle, etwas aromatisch riechende, leicht bewegliche Flüssigkeit vom Siedepunkt 84°C bei 1 mm Hg und der Dichte 1,415 bei 25°C. Der im Vergleich zu anderen Insecticiden hohe Dampfdruck von 0,15 mm Hg bei 20°C hat zur Folge, daß die Wirksamkeit auf Insekten in erster Linie über die Dampfphase zustande kommt. Eine zusammenfassende Darstellung der insecticiden Wirkung und der toxikologischen Eigenschaften von F. BACHMANN ist im „Anzeiger für Schädlingskunde“ erschienen^{1a}.

Über analytische Methoden zur Bestimmung von DDVP ist in der Literatur bisher nur wenig bekannt geworden. Eine chemische Methode zur Ermittlung des DDVP-Gehaltes von Luftvolumen durch Bestimmung des gesamten Phosphorgehaltes haben DURHAM u. Mitarb.³ beschrieben. Sodann veröffentlichten GIANG u. Mitarb.⁴ eine Methode zur Bestimmung von DDVP-Rückständen auf Früchten usw. durch Messung der Cholinesterasehemmung. TRACY u. Mitarb.⁷ haben ein infrarotspektroskopisches Verfahren der DDVP-Bestimmung beschrieben.

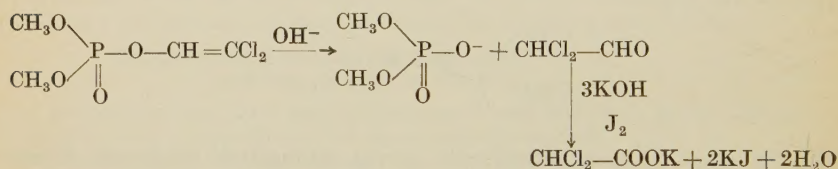
Da keine dieser Methoden den vielseitigen Anforderungen, die sich in analytischer Hinsicht beim Arbeiten mit DDVP stellen, gerecht zu werden vermag, suchten wir nach möglichst einfachen und zuverlässigen

Methoden zur Analyse von DDVP sowohl für Makrobestimmungen als auch für die Erfassung von Spuren dieses hochaktiven Insecticides. Dabei war uns vor allem die leichte hydrolytische Spaltbarkeit von DDVP und damit zusammenhängend die chemische Natur der Spaltprodukte wegleitend.

Bekanntlich zerfällt das Molekül hydrolytisch in Dimethylphosphorsäure und Dichloracetaldehyd, in saurer Lösung langsam, in alkalischer Lösung dagegen sehr rasch⁶. Die Dimethylphosphorsäure kann dabei als einbasische Säure titrimetrisch erfaßt werden. Der gebildete Dichloracetaldehyd ist in alkalischem Medium instabil und wird unter Bildung von Ameisensäure und ionogenem Chlor weiter abgebaut.

Es gelingt nun aber, den bei der alkalischen Spaltung gebildeten Dichloracetaldehyd zu bestimmen, bevor er durch Nebenreaktionen verändert wird:

Wenn die Hydrolyse in Gegenwart eines Überschusses an Jod durchgeführt wird, oxydiert sich der Aldehyd quantitativ zur Dichloressigsäure unter Verbrauch von 2 Äquivalenten Jod. In saurer oder neutraler Lösung wirkt Jod weder auf DDVP noch auf Dichloracetaldehyd mit nennenswerter Geschwindigkeit ein.



Bei der Durchführung der Bestimmung ist zu beachten, daß die Lauge erst nach dem Jod zugefügt wird, obwohl die hydrolytische Spaltung die erste Stufe des Reaktionsablaufes darstellt. Wird umgekehrt verfahren, so wird zu wenig Jod verbraucht, was dem Umstand zuzuschreiben ist, daß sich dann bereits ein Teil des Dichloracetaldehydes durch Nebenreaktionen der Oxydation durch das Jod entzogen hat. Mit dieser Methode ist es nun allerdings nicht möglich, zwischen DDVP und freiem Dichloracetaldehyd zu unterscheiden. Dies wäre vor allem beim Arbeiten mit DDVP im sauren Bereich zu wünschen.

Eine Bestimmung von DDVP neben Dichloracetaldehyd läßt sich indessen durch die alkalische Spaltung ohne Jodoxydation durchführen, indem man die wäßrige DDVP-Lösung zuerst genau neutralisiert und anschließend das DDVP mit überschüssiger Lauge spaltet. Durch Rücktitration der überschüssigen Lauge läßt sich die gebildete Menge Dimethylphosphorsäure und damit im Prinzip die äquivalente ursprüngliche Menge DDVP ermitteln. Der tatsächliche Reaktionsverlauf ist jedoch deshalb nicht so einfach, weil die im Überschuß vorhandene

Lauge auch auf den intermediär gebildeten Dichloracetaldehyd einwirkt und teilweise zur Neutralisation von sauren Spaltprodukten verbraucht wird. Dadurch, daß die Geschwindigkeiten der Haupt- und Nebenreaktionen abhängig von Temperatur und Laugenkonzentration sind, erhält die Bestimmungsmethode einen empirischen Charakter. Es ist möglich, die Reaktionsbedingungen so zu wählen, daß je Mol DDVP genau 1 Äquivalent Lauge verbraucht wird. DDVP-Proben, die frei von Dichloracetaldehyd sind, ergeben somit die gleichen Werte wie mit der jodometrischen Bestimmungsmethode. Enthält eine DDVP-Probe vor der Spaltung schon Dichloracetaldehyd, so kann dieser durch eine Kombination dieser beiden Analysenmethoden bestimmt werden.

Weiterhin haben wir eine colorimetrische Methode zur Bestimmung von DDVP entwickelt, die sich vor allem als Mikromethode bewährt. Damit können 5 µg DDVP in 5 ml Wasser noch gut erfaßt werden. Die Methode beruht auf der Umsetzung von DDVP in wäßriger Lösung mit Resorcin und Alkali unter Bildung einer gelben Lösung mit starker grüner Fluoreszenz. Das Absorptionsmaximum liegt bei einer Wellenlänge von etwa 480 nm. Nachfolgend sollen die 3 Bestimmungsmethoden näher beschrieben werden.

1. Jodometrische Methode

Für die Ausarbeitung der Methode wurde eine 0,05 m wäßrige Lösung (1,105 g/100 ml) von reinem DDVP (hergestellt aus Trimethylphosphit und Chloral) verwendet. Analyse des verwendeten DDVP:

$C_4H_7O_4PCl_2$	Ber. C 21,74	H 3,19	Cl 32,09	P 14,02
	Gef. C 21,83	H 3,21	Cl 32,32	P 14,07
Freie Säure:	0,488 mg NaOH/g entsprechend 0,27 Mol-%			

20 ml dieser Lösung, entsprechend 1 mMol DDVP werden nacheinander mit 25 ml 0,1 n Jodlösung und 10 ml 2 n NaOH-Lösung versetzt. Die schwach gelbe Lösung wird 5–10 min bei Raumtemperatur verschlossen stehen gelassen und nach dieser Zeit mit 10 ml 4 n Salzsäure versetzt. Das freigewordene Jod wird anschließend mit 0,1 n Thiosulfatlösung zurücktitriert, unter Verwendung von Stärkelösung zur Endpunktbestimmung.

Der Jodverbrauch betrug in diesem Beispiel $19,9 \pm 0,05$ ml. Da 1 Äquivalent Jod 0,5 Mol DDVP entspricht, berechnet sich für das analysierte Muster ein Gehalt von $99,5 \pm 0,25\%$.

Fehlerquellen. Es soll nochmals betont werden, daß zu niedrige Werte erhalten werden, wenn die Lauge vor dem Jod zugefügt wird. Die Verwendung eines großen Jodüberschusses ergibt dagegen etwas zu hohe Werte, weshalb bei Proben unbekannten DDVP-Gehaltes nach Möglichkeit eine orientierende Vorbestimmung durchgeführt werden soll.

Die Methode ist empfindlich auf oxydierbare Substanzen, insbesondere Methylketone, die mit alkalischer Jodlösung sofort Jodoform bilden.

Die Bestimmung kann auch in methanolischer Lösung durchgeführt werden, in diesem Fall ist es aber notwendig, bei 0° C zu arbeiten.

Bei der Verwendung von höheren Alkoholen ist der Jodverbrauch einer Blindprobe in Rechnung zu setzen.

Als Beispiel sei die Bestimmung einer Lösung von 20% DDVP in Butylcarbitol erwähnt: 10 g dieser Lösung werden mit Wasser auf 500 ml verdünnt und von dieser Lösung ein aliquoter Teil zur Bestimmung verwendet. Die Bestimmung bei 20° C und 0° C ergibt praktisch die gleichen Werte, ein Blindwert von etwa 2% muß vom Resultat abgezogen werden.

Kohlenwasserstoffe stören die Bestimmung im Prinzip nicht, dagegen ist bei ihrer Gegenwart notwendig, die Probe intensiv zu rühren oder zu schütteln, um den Transport des in der organischen Phase gelösten DDVP in die wäßrige Phase zu beschleunigen und eine einwandfreie Titration des überschüssigen Jodes zu ermöglichen. In dieser Weise gelingt es auch, den DDVP-Gehalt von Aerosol-Formulierungen zu bestimmen. Die Anwesenheit von Freon 11/12 stört die Bestimmung nicht.

2. Alkalische Spaltung

Für die Ausarbeitung dieser Bestimmungsmethode wurde wiederum eine 0,05 m Lösung von reinem DDVP verwendet. 50 ml dieser Lösung werden auf 0–1° C abgekühlt und mit Lauge oder Säure auf Methylrot neutral gestellt. Dann werden 10 ml 1 n NaOH-Lösung zugesetzt, die Mischung wird 20 min im Eisbad stehen gelassen und darauf mit 0,2 n Salzsäure zurücktitriert. Verbrauch 7,5 ml 1 n Säure entsprechend 2,5 ml 1 n Natronlauge, also 2,5 mMol, entsprechend 100% des eingesetzten DDVP. Bei sorgfältigem Arbeiten kann mit einer Genauigkeit von $\pm 1\%$ gerechnet werden.

Der Einfluß der Reaktionszeit, der Konzentration von DDVP und Lauge sowie der Reaktionstemperatur auf den Laugenverbrauch bzw. auf die Erfassung des eingesetzten DDVP geht aus der folgenden Zusammenstellung hervor:

Tabelle

Zeit Minuten	Konz. DDVP mMole/60 ml	Konz. Lauge Normalität	Temp. °C	DDVP gef. %
20	2,5	1/6 n	0–1	100
20	1,25	1/6 n	0–1	100
20	0,5	1/6 n	0–1	etwa 100*
20	0,25	1/6 n	0–1	etwa 100*
20	1,88	1/4 n	0–1	104
20	0,94	1/8 n	0–1	96
20	0,47	1/16 n	0–1	87
20	0,23	1/32 n	0–1	54
5	2,5	1/6 n	0–1	76
10	2,5	1/6 n	0–1	88
15	2,5	1/6 n	0–1	99
20	2,5	1/6 n	0–1	100
25	2,5	1/6 n	0–1	103
30	2,5	1/6 n	0–1	106
20	2,5	1/6 n	0	100
20	2,5	1/6 n	5	106
20	2,5	1/6 n	10	116

* Wegen des zu geringen Laugenverbrauches läßt sich dieser Wert nur auf etwa $\pm 10\%$ genau bestimmen.

Liegt zur Bestimmung ein DDVP ohne freien Dichloracetaldehyd vor, so decken sich die Resultate der jodometrischen und der Spaltungsmethode. Bei Gegenwart von freiem Dichloracetaldehyd dagegen fällt die jodometrische Analyse höher aus. Dies kommt daher, daß Dichloracetaldehyd unter den Bedingungen der jodometrischen Analyse 2 Äquivalente Jod verbraucht, während bei der alkalischen Spaltung unter den definierten Bedingungen nach empirischer Feststellung nur 0,17 Mol Lauge neutralisiert werden.

Durch eine einfache Rechnung kann aus den Werten der beiden Bestimmungen der Gehalt des untersuchten Präparates an beiden Komponenten ermittelt werden:

Bezeichnen wir die gesuchte Anzahl Millimole DDVP der Probe mit x , die Anzahl Millimole Dichloracetaldehyd mit y , die jodometrisch gefundene Anzahl Millimole DDVP + Dichloracetaldehyd mit a und die bei der Spaltung gebrauchte Anzahl Milliliter 1 n Lauge mit b so ist

$$\begin{aligned}y &= (a - b) \cdot 1,2 \quad \text{und} \\x &= a - y = 1,2b - 0,2a.\end{aligned}$$

Am besten läßt sich dies an einem praktischen Beispiel demonstrieren:

2,5 mMol DDVP + 0,5 mMol Dichloracetaldehyd in 50 ml wäßriger Lösung werden einerseits nach der jodometrischen und andererseits nach der alkalischen Spaltungsmethode titriert. Es werden $60 \pm 0,2$ ml 0,1 n Jodlösung verbraucht, entsprechend $a = 3,00 \pm 0,01$ mMol DDVP + Dichloracetaldehyd. Die Spaltung ergibt einen Laugeverbrauch $b = 2,58 \pm 0,01$ ml 1 n NaOH-Lösung. Nach den beiden Gleichungen ergibt sich für $x = 1,2 \cdot 2,58 - 0,2 \cdot 3,00 = 2,50$ mMol DDVP und für $y = (3,00 - 2,58) \cdot 1,2 = 0,50$ mMol Dichloracetaldehyd. Die Titrationsfehler von $\pm 0,01$ ml 1 n ergeben in diesem Fall für x eine Fehlerbreite von etwa $\pm 0,5\%$, für y aber von etwa $\pm 5\%$. Wenn y in einer Mischung gegenüber x noch weiter zurücktritt, wird natürlich der Fehler für y entsprechend noch größer.

Daraus geht hervor, daß die alkalische Spaltung nicht eine Bestimmungsmethode für Dichloracetaldehyd neben DDVP, sondern umgekehrt eine solche für DDVP in Gegenwart von Dichloracetaldehyd darstellt.

Bei Gegenwart von organischen Lösungsmitteln muß von Fall zu Fall geprüft werden, ob sich diese auf die Bestimmung störend auswirken.

3. Colorimetrische Bestimmungsmethode

5–200 μg DDVP in 5 ml Wasser werden in einem 10 ml-Reagensglas mit Schliffstopfen mit 2,0 ml 2%iger Resorcinlösung in Wasser und 3,0 ml 2 n Sodalösung versetzt. Das Glas wird sogleich verschlossen und der Inhalt durch mehrmaliges Umkippen gemischt. Eine Blindprobe mit 5 ml Wasser, Resorcin und Sodalösung wird in genau gleicher Weise durchgeführt. Die Gläser werden 4 Std bei 20° C oder 45 min bei 40° C stehen gelassen. Anschließend wird die Absorption der beiden Lösungen bei 480 nm gemessen, wobei die Durchlässigkeit der Blindprobe auf 100% gestellt wird. Mit beiden Proben muß in allen Einzelheiten, besonders beim Umfüllen aus dem Reagensglas in die Meßküvette, gleich verfahren werden, da die Lösungen stark oxydationsempfindlich sind. Ein mehrmaliges Umgießen sollte vermieden werden.

An Hand einer Verdünnungsreihe von 5–200 μg DDVP und der davon bestimmten Absorptionswerte wird die Eichkurve aufgenommen, mit deren Hilfe die DDVP-Menge unbekannter Proben ermittelt wird. Jede Messung muß auf eine gleichaltrige Blindprobe, deren Durchlässigkeit zu 100% gesetzt wird, basiert werden.

Die tiefe Erfassungsgrenze und die Möglichkeit, die wäßrigen Lösungen mit 1 mg DDVP im Liter noch ermitteln zu können, bilden die großen Vorteile dieser colorimetrischen Bestimmungsmethode. Obwohl sie ebenfalls lösungsmittlempfindlich ist, läßt sie sich zur Bestimmung organischer DDVP-Lösungen verwenden, einerseits weil durch die starke Verdünnung mit Wasser der Lösungsmiteleinfluß weitgehend reduziert wird, andererseits weil ein etwaiger Störeffekt durch einen entsprechenden Lösungsmittelzusatz zur Blindprobe eliminiert werden kann.

Als Nachteil der colorimetrischen Methode gegenüber der jodometrischen Bestimmung ist ihre geringere relative Genauigkeit [$\pm$ etwa 5%] zu werten. Ein weiterer Nachteil liegt darin, daß sie, wie die jodometrische Methode, Dichloracetaldehyd miterfaßt. Vermutlich beruht die Farbreaktion überhaupt auf der Umsetzung des Resorcins mit dem intermediär gebildeten Dichloracetaldehyd.

4. Anwendung der 3 Methoden zur Bestimmung von DDVP in verschiedenen Substraten

Es kommen in Betracht: a) Bestimmung von technischem DDVP und DDVP-Lösungen, b) Bestimmung von DDVP auf festen Trägern, c) Bestimmung von DDVP in Luft.

In allen 3 Fällen wird das DDVP zuerst in eine wäßrige Lösung übergeführt. Bei a) ergeben sich Schwierigkeiten beim Vorliegen von Ketonen oder wasserunlöslichen Lösungsmitteln. In letzterem Fall kann die DDVP-Bestimmung, wie bei der Beschreibung der jodometrischen Methode erwähnt, im Zweiphasensystem durchgeführt werden.

Das Herauslösen von DDVP aus festen Trägern hängt ganz von der physikalisch-chemischen Beschaffenheit des Trägerstoffes ab. Aus anorganischem Material läßt es sich durch Zerkleinern, wenn notwendig bis zur Pulverform, und Auslaugen mit Wasser vollständig extrahieren, das gleiche gilt auch für Cellulose und Träger ähnlicher Beschaffenheit, die DDVP nur adsorbieren, aber nicht in Form einer Lösung im organischen Material festhalten. Letzteres ist bei verschiedenen synthetischen schaumartigen Materialien der Fall, aus denen das DDVP höchstens durch Extraktion mit viel organischem Lösungsmittel und während längerer Zeit einigermaßen vollständig herausgeholt werden könnte.

Einfacher gestaltet sich die Isolierung von DDVP aus Gasgemischen, indem ein Gasstrom durch ein einfaches Absorptionsgerät mit Wasser geleitet wird, wobei selbst Mengen unter 1 mg/m³ quantitativ zurückgehalten werden. Mit 2 hintereinander geschalteten Waschflaschen läßt sich DDVP aus einem Luftstrom von bis zu 100 l/Std vollständig auswaschen. In diesem Zusammenhang soll noch erwähnt werden, daß DDVP aus Luftmischungen von Gummi- oder PVC-Schläuchen außerordentlich begierig aufgenommen wird.

Im Grunde genommen können für alle 3 Fälle a), b) und c) alle 3 Bestimmungsmethoden verwendet werden, man wird aber, je nach vorliegender DDVP-Menge oder nach gewissen speziellen Anforderungen, der einen oder anderen Methode den Vorzug geben.

Zusammenfassung

Für die Bestimmung des hochwirksamen Insecticids DDVP wurden drei voneinander unabhängige Methoden gefunden. Die erste beruht auf der jodometrischen Bestimmung des durch alkalische Spaltung gebildeten Dichloracetaldehyds. Bei der zweiten wird der durch alkalische Hydrolyse abgespaltene Phosphorsäuredimethylester acidimetrisch erfaßt. Diese beiden Arbeitsmethoden eignen sich für die Bestimmung von Makromengen DDVP, während die dritte Methode Mengen bis auf wenige Mikrogramme herunter erfaßt. Sie beruht auf der Umsetzung von DDVP in wäßriger Lösung mit Resorcin und Alkali unter Bildung eines gelben Farbstoffes mit grüner Fluoreszenz, der colorimetrisch gemessen werden kann.

Literatur

^{1a} BACHMANN, F.: Anzeiger f. Schädlingskunde **33**, 41 (1960). — ^{1b} BAYER (W. LORENZ): DBP 1003 720, Priorität vom 25. 5. 1954. — ² CIBA A. G., S.P. 307 235 und 310 395, Priorität vom 25. 9. 1951. — ³ DURHAM, W. F., T. B. GAINES, R. H. McCaULEY, V. A. SEDLAK, A. M. MATTSON u. W. J. HAYES: A.M.A. Arch. Ind. Health **15**, 340 (1957). — ⁴ GIANG, P. A., F. F. SMITH u. S. A. HALL: J. agric. Food Chemistry **4**, 621 (1956). — ⁵ MATTSON, A. M., J. T. SPILLANE u. G. W. PEARCE: J. agric. Food. Chemistry **3**, 319 (1955). — ⁶ MÜHLMANN, R., u. G. SCHRADER: Z. Naturforsch. **12b**, 196 (1957). — ⁷ TRACY, R. L., J. GENTILE u. J. M. WENNEIS: Tobacco **145**, 22 (1957).

Dr. M. GEIGER, Ciba Aktiengesellschaft Basel (Schweiz)

Ammoniaklaboratorium/Analytisches Laboratorium der Badischen Anilin- & Soda-Fabrik AG, Ludwigshafen/Rhein

Einfache und universell anwendbare Arbeitstechnik zur Handhabung luft- und feuchtigkeitsempfindlicher Substanzen

Von

TITUS NIEDERMAIER

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 9. Januar 1960)

In zunehmendem Maße gewinnen metallorganische Verbindungen und andere luftempfindliche Ti^{III}- oder Cr^{II}-Verbindungen auch in der industriellen Anwendung an Bedeutung. Dies bringt es mit sich, daß für die Handhabung derartiger luft- und feuchtigkeitsempfindlicher,

mitunter selbstentzündlicher Substanzen die Frage nach einer möglichst universell anwendbaren einfachen Laboratoriums-Arbeitstechnik für das Abfüllen, Abwägen sowie für die weitere gefahrlose Handhabung sehr groß ist. Unsere im folgenden zu beschreibende Anordnung entsprang der Notwendigkeit, möglichst mit einer Verfahrensweise das Einwiegen und Auflösen oder Zersetzen der empfindlichen Substanzen für quantitative Analysen vornehmen zu können. Dabei war es von Wichtigkeit, daß die Substanzen beliebig in festem oder flüssigem Aggregatzustand, als Lösungen oder als Suspensionen vorliegen konnten.

Die bisher üblichen Methoden, etwa das Aufsaugen in sogenannten Oleumkugeln oder Abschmelzampullen und das Abschmelzen der capillaren Ansätze beim Einwiegen von flüssigen Proben oder das Hantieren in einem mit Kohlensäureschnee ausgelegten, abgeschlossenen Kasten („Glove-box“) mit nur von außen zugänglichen, dicht geschlossenen Gummihandschuhen vor allem beim Abfüllen von festen Stoffen, erweisen sich für exaktes Arbeiten als nicht sehr glückliche Lösungen. Gerade bei der Oleumkugel ist es in vielen Fällen nicht möglich, die Capillare einwandfrei abzuschmelzen, ohne daß sich an der Schmelzzone schon ein Teil der Substanz zersetzt. Andererseits ist man beim Arbeiten in einem abgeschlossenen Kasten nicht immer sicher, daß der Innenraum schon einwandfrei luftfrei ist. Will man vor allem die Feuchtigkeit ausschließen, dann ist das Arbeiten über CO_2 -Schnee sowieso problematisch, da die im Kasten vorhandene Feuchtigkeit wegen des Fehlens eines kontinuierlichen Gasstroms nicht 100%ig aus dem Raum zu bringen ist. Andererseits besteht beim Durchspülen mit getrocknetem Gas die Schwierigkeit, daß Luftsäcke nicht zu vermeiden sind, ganz abgesehen davon, daß zur Reinigung der notwendigen Gasströme große Mengen von Trockenmitteln und Sauerstoffabsorbieren erforderlich wären. Wir haben daher einen anderen Weg gewählt, der an Hand einiger Abbildungen erläutert werden soll.

Beschreibung der Verfahrensweise

Wir spülen zunächst den relativ klein gehaltenen Raum des sorgfältig getrockneten Geräts, in dem sich bereits ein vorher gewogenes Wägegläschen* befindet (Schliffteile 1 und 2a bzw. 2b in den Abb. 1 und 2) mit einem Inertgas. Der Gasstrom kann bei den für das Abfüllen von Flüssigkeiten oder von festen Stoffen verschieden ausgeführten Aufsätzen (2a bzw. 2b) zunächst durch 2 Öffnungen oben und auch unten entweichen. Dadurch wird eine einwandfreie und rasche Spülung ohne Bildung eines Todraumes gewährleistet.

Wir arbeiten im allgemeinen mit einem im sogenannten Kupferturm^{1,2} von Sauerstoff befreiten und mit Calciumchlorid und Phosphorpentoxid getrockneten Stickstoffstrom, der über Strömungsmesser und Druckausgleich einer Gasflasche entnommen wird.

* Für gewöhnliche quantitative Analysen verwenden wir Wägegläser mit 15 mm Durchmesser und 50 mm Höhe. Leergewicht etwa 10–15 g, je nach Länge des stabförmigen Ansatzes am Schliffstopfen des Gläschens (Abb. 3).

Dann werden je nach Art und Eigenschaft der Substanz die aus den Abb. 1 und 2 ersichtlichen, speziell geformten Vorratsgefäße (4 oder 5) für Flüssigkeiten oder feste Substanzen an das Gerät angeschlossen. Die Verschlusskappe des auf das Gerät passenden Schliffansatzes (5a) läßt sich bei den Vorratsgefäßen für feste Substanzen gefahrlos abnehmen, wenn man das Öffnen bei durchströmendem Stickstoff vornimmt. Bei den Gefäßen für Flüssigkeiten erwies sich der Abschluß bei 4a durch Polyäthylenschlauch und Glasstopfen als der geeignetste Verschluss.

Beim Einwägen von *flüssigen Proben* wählen wir die Strömungsgeschwindigkeit des Inertgases zunächst so, daß sie zum Spülen der zusammengesetzten Apparatur ausreicht. In wenigen Minuten kann der Gasstrom etwas verstärkt werden, so daß bei strömendem Gas mit Hilfe eines über eine Zweigleitung zum Vorratsgefäß (bei 6) wirkenden Gasdruckes die Flüssigkeit langsam nach dem Heberprinzip in der gewünschten Menge in das Wägegläschen tropft. Durch entsprechende

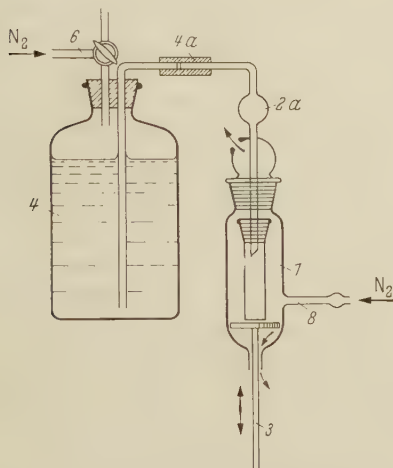


Abb. 1. Vorrichtung zum Abfüllen von Flüssigkeiten

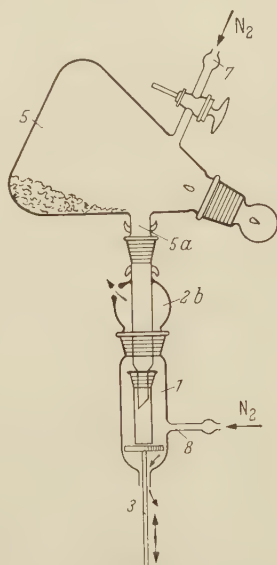


Abb. 2. Vorrichtung zum Abfüllen von festen Stoffen

Veränderung der Druckverhältnisse in den Zweigleitungen (Druck bei 6 reduziert) wird die überschüssige Substanz wieder aus dem Überlaufrohr in die Flasche zurückgedrückt.

Bei *festen, pulverförmigen oder auch körnigen Substanzen* verfährt man in entsprechender Weise. Durch leichtes Klopfen kann man die gewünschte Menge Substanz aus dem Probengefäß bequem ins Wägeglas eindosieren, ohne daß das von beiden Seiten, durch das Probengefäß (bei 7) wie durch das Abfüllgerät mit Wägeglas (bei 8) strömende Spülgas abgestellt zu werden braucht.

Es ist wichtig, daß die Ansätze der Einfüllrohre (bei 2a und 2b) genügend lange gewählt werden, damit keine Substanz an die Schlifffläche der Wägegläschen kommen kann. Sonst ist beim Aufsetzen des Schliffstopfens kein exakter Verschluss gewährleistet, bzw. es besteht die Gefahr, daß die Schliffe verkitten und das Wägeglas dann nicht mehr zu öffnen ist.

Zum *Verschließen des Wägegläschens* hebt man, ohne den Stickstoffstrom zu unterbrechen, den unteren Teil des Abfüllgerätes (1) mit dem noch offenen

Wägegläschen nach unten weg und setzt bei u. U. kräftiger strömendem Stickstoff die entsprechenden Schliffkappen auf Vorratsgefäß und Wägegias. Das nunmehr verschlossene Wägegias kann mit Hilfe einer einfachen Hebevorrichtung aus dem Gefäß geholt werden, indem man es mit dem Stempel aus Metall oder Glas (3) nach oben heraushebt* (Abb. 3).

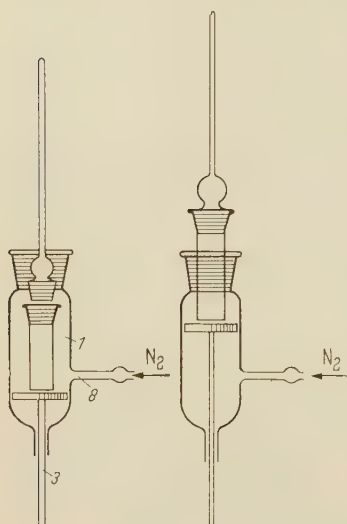


Abb. 3. Verschließen und Herausheben des Wägegläschens bei Luftausschluß

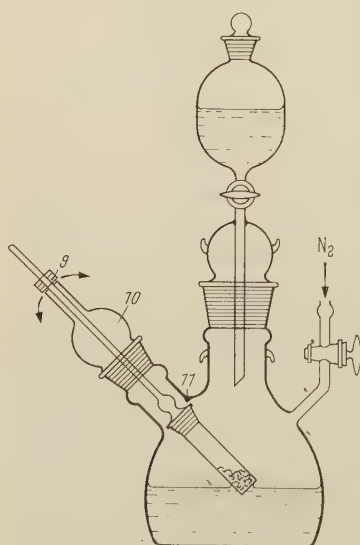


Abb. 4. Vorrichtung zum Einbringen des Wägegutes in das Reaktionsgefäß bei Luftausschluß

Am Beispiel des Lösens von Aluminiumtrialkyl etwa in vorgelegtem Isooctan sei erläutert, in welcher Weise das Wägegut ohne Verlust und sicher ohne vorzeitige Reaktion mit Luftsauerstoff oder Feuchtigkeit in das Reaktionsgefäß gebracht werden kann (Abb. 4).

Mit Hilfe eines übergeschobenen kleinen Gummiringes (9) an der stabförmigen Verlängerung des Schliffstopfens wird das verschlossene Wägegläschen am seitlichen Ansatz (10) in der Schwebe gehalten. Es sitzt nur locker auf der Schliffkappe des Reaktionsgefäßes auf. Dadurch ist es möglich, daß durch diese Öffnung noch immer der zur Spülung dienende Stickstoffstrom ungehindert das Gefäß wieder verlassen kann. Schwerere Wägegläser, bei denen die Gefahr besteht, daß durch ihr Gewicht der Stopfen sich vorzeitig löst, kann man auch teilweise in das Lösungsmittel eintauchend am Boden aufsitzen lassen. Im Reaktionsgefäß ist bereits das inerte Lösungsmittel, beispielsweise Isooctan, im Tropftrichter die andere Reaktionskomponente vorbereitet. Sobald damit zu rechnen ist, daß Feuchtigkeit und Luft aus dem Gasraum des Gefäßes verdrängt sind, kann der untere Teil des Wägegläschens an einem an geeigneter Stelle angeschmolzenen Glasdorn (11) in einfacher Weise vom Stopfen abgestreift werden. Er fällt unter die Isooctanschicht, und die Substanz wird gelöst. Unter Schütteln oder Rühren mittels eines Magnetprühers kann nun im strömenden Schutzgas durch langsames Zutropfenlassen die gewünschte Reaktion durchgeführt werden.

In der analogen Weise kann man bei beliebigen anderen Substanzen verfahren und kann beispielsweise das Reaktionsgefäß durch Aufbringen einer mit Schliff versehenen Büretten spitze an Stelle des Tropftrichters auch für die Titration empfindlicher Substanzen unter Luft- und u. U. Wasserausschluß verwenden.

* Die Anregung zu dieser Hebevorrichtung verdanke ich meinem verehrten Lehrer, Herrn Prof. Dr. H. LUX, T. H. München.

Durch entsprechende Dimensionierung der Geräte könnte diese vielseitig verwendbare Methode auch bei präparativen Arbeiten gute Dienste leisten.

Diese Art der Probenahme hat nach unseren Erfahrungen vor allem den Vorteil, daß praktisch alle empfindlichen Substanzen, in den verschiedenen Aggregatzuständen und auch als Suspensionen oder etwa Flüssigkeitsgemische, sauber eingewogen werden können. Es wäre für den letzteren Fall durchaus möglich, etwa durch einen Ultravibrator Gemische aus sich leicht entmischenden Komponenten während des Abfüllens homogen zu halten.

Zusammenfassung

Es wird eine einfache Apparatur beschrieben, die es erlaubt, sowohl feste Substanzen als auch Flüssigkeiten und Suspensionen in beliebigen Mengen unter Ausschluß von Luft und Feuchtigkeit in speziell geformte Wägegläschen einzufüllen und verschlossen zur Wägung zu bringen. Es wird weiter gezeigt, wie auf einfache Weise die eingewogene Substanz ohne Gefahr vorzeitiger, ungewünschter Veränderungen in ein Reaktionsgefäß eingebracht werden kann. Als Schutzgas dient über pyrophorem Kupfer von Sauerstoff befreiter und über Phosphorpentoxyd scharf getrockneter Stickstoff oder auch Argon.

Literatur

¹ MEYER, F. R., u. G. RONGE: *Angew. Chem.* **52**, 637 (1939). — ² SCHÜTZE, M.: *Angew. Chem.* **70**, 697 (1958).

Dr. T. NIEDERMAIER, Badische Anilin- u. Sodafabrik AG,
Ammoniaklaboratorium/Analytisches Laboratorium, Ludwigshafen am Rhein

Aus dem Laboratorium für analytische Chemie der wissenschaftlichen Fakultät
der Universität Santiago de Compostela, Spanien

Analytische Anwendungen der Chelone

XXVIII*. Nachweis von Kupfer(II) mit 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure

Von

FRANCISCO BERMEJO MARTINEZ und MIGUEL GUERRERO ABELLA

(Eingegangen am 15. Januar 1960)

Kupfer(II)-salze geben mit 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure (DCyTE) eine leuchtend blaue Farbe, über deren Eignung zum Kupfer-nachweis bisher wenig bekannt ist. Wir haben deshalb die Empfindlichkeit, Zuverlässigkeit, Selektivität und andere Eigenschaften der Reaktion untersucht und berichten darüber im folgenden.

* Teil XXVII: Siehe *Inform. Quím. analit* XIV, n° 2 (1960).

Experimenteller Teil

Reagentien

0,1 m Kupfersulfatlösung wurde durch Lösen der berechneten Menge von unkristallisiertem $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ in dest. Wasser hergestellt. Die jodometrische Bestimmung ergab die Konzentration 0,0967 m entsprechend 6142 μg Cu/ml. Durch passendes Verdünnen wurden Lösungen mit 614,2; 61,4 und 6,1 μg Cu/ml bereitet.

0,01 m Lösung von $\text{Na}_2\text{-DCyTE}$ (Dinatriumsalz von DCyTE) in Wasser. Die Lösung ist monatelang unverändert haltbar.

Pufferlösung p_{H} 5 nach CLARK u. LUBS (50 ml 0,2 m Kaliumhydrogenphthalatlösung + 23,65 ml 0,2 m Natronlauge mit Wasser zu 200 ml verdünnt).

Weiter wurden angewendet: Wäßrige CdSO_4 -Lösung (0,01 g Cd/ml), Lösung von FeCl_3 in mit Salzsäure schwach angesäuertem Wasser (6,38 mg Fe/ml), festes Natriumfluorid.

Ausführung der Reaktion. In ein Reagensglas von 14 mm $\varnothing$ brachten wir nacheinander die Cu^{II} -Lösung, das Reagens, die Pufferlösung und verdünnten mit Wasser bis zu 10 ml. Beleuchtet wurde immer frontal und man beobachtete gegen einen weißen Hintergrund längsseitig zum Glas. In der Nähe der Empfindlichkeitsgrenze wurde mit Blindversuchen verglichen. Die Reaktion vollzieht sich augenblicklich, trotzdem wartete man etwa 1 min bis zur Beobachtung. Die Farbe ist einige Tage beständig.

Die Empfindlichkeit der Reaktion wurde mit der Technik von KARAOGLANOV⁶ bestimmt. In 10 ml Gesamtvolumen wurden stets 1 ml 0,01 m DCyTE-Lösung und 2 ml Puffer p_{H} 5 angewendet. 6142 μg Cu gaben eine sehr stark blaue Farbe, mit 614,2 μg Cu war die Farbe noch stark blau, mit 61,4 μg Cu schwach blau, aber noch ohne Vergleichslösung wahrnehmbar. Cu-Mengen von 24,4 μg Cu und weniger gaben keine wahrnehmbare Färbung mehr.

Die Grenzkonzentration liegt also bei etwa 24 μg Cu/10 ml, entsprechend $D_a = 10^{-5,6}$ oder $P_D = 5,6$. Diese Empfindlichkeit ist größer als die vieler anderer Kupferreaktionen, die in der Literatur beschrieben sind⁵.

Einfluß des p_{H} -Wertes. Wir haben, wie angegeben, bei p_{H} 5 gearbeitet, nach Feststellungen von BERMEJO u. REY³ bleibt aber die optische Dichte der Lösung in dem ganzen Bereich zwischen p_{H} 4,5 und p_{H} 12 konstant. Demnach bleibt auch die Empfindlichkeit in diesem Intervall unverändert und man ist nicht gezwungen, die Lösung auf einen bestimmten p_{H} -Wert einzustellen.

Bei kleineren p_{H} -Werten nimmt die Empfindlichkeit der Reaktion noch zu, aber dieser Empfindlichkeitsanstieg ist stark p_{H} -abhängig.

Selektivität. DCyTE bildet mit vielen Kationen Komplexe, die aber im allgemeinen nur dann gefärbt sind, wenn die Kationen an sich schon in wäßriger Lösung Farbe besitzen; das Chelon verstärkt nur die Ionenfarbe. Die farblosen Kationen beeinträchtigen im allgemeinen den Kupfernachweis nicht. Dagegen stören Ni^{II} und VO^{II} sehr, da sie eine ähnliche Blaufärbung hervorrufen, wie das Kupfer. Andere gefärbte Kationen können die Kupferfarbe verdecken, wenn das Molverhältnis von störendem Kation:Kupferion einen gewissen Wert erlangt. Im

besten Falle verringert sich die Empfindlichkeit der Reaktion. In einer Lösung, die Fe^{III} und Cu^{II} enthält, fängt die blaue Farbe des Cu^{II} -Chelonats schon bei äquimolaren Konzentrationen von Fe^{III} und Cu^{II} an, sich in Grün zu verwandeln (die Farbe des Fe^{III} -Chelonats ist gelb). Festes Natriumfluorid, auch wenn man es bis zur Sättigung zufügt, beseitigt die Eisenstörung nicht. Die Ursache liegt vielleicht darin, daß der Komplex Fe^{III} -DCyTE stärker ist als der entsprechende Fluoridkomplex. Bei Durchsicht der Literatur fanden wir aber keine Angaben über die Stabilitätskonstante des Fe^{III} -Chelonats².

Anwendung. Vor Anwendung der Reaktion sind die störenden Ionen zu entfernen oder zu tarnen. Im gewohnten Analysengang für die Untersuchung der Kationen im Makro-, Semimikro- und Mikrobereich^{1,4,7,8} ergibt sich nach Durchführung der vorgeschriebenen Trennungen eine Lösung, die Cd^{II} und Cu^{II} in Form der Komplexe mit Ammoniak enthält. In dieser ammoniakalischen Lösung entsteht mit DCyTE nicht die normale Kupferfärbung. Man säuert also mit Essigsäure gegen Phenolphthalein an und gibt dann das Reagens zu. Jetzt tritt nach unseren Feststellungen auch bei großem Cd-Überschuß die blaue Kupferfarbe ohne Nuance auf. Fremde Elemente, die nicht vollständig entfernt worden sind, würden sich an dieser Stelle durch die Abänderung der Kupferfarbe verraten.

Zusammenfassung

Zum Nachweis von Kupfer(II) schlagen die Verfasser den Gebrauch von $\text{Na}_2\text{-DCyTE}$ (Dinatriumsalz der 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure) als Reagens vor. Die Reaktion verläuft unter Bildung des leuchtend blau gefärbten Komplexes $[\text{Cu-DCyTE}]^{2-}$. Die Empfindlichkeit der Reaktion wurde zu $P_D = 5,6$ bestimmt. Die Empfindlichkeit ist konstant im pH -Intervall 4,5–12; farblose Kationen stören nicht. Die Reaktion kann zum Kupfernachweis im Laufe des üblichen Analysenganges dienen. Vorteile der Reaktion sind neben der hohen Empfindlichkeit die einfache Durchführung und die Haltbarkeit des Reagenses.

Literatur

¹ BELCHER, R., u. C. L. WILSON: Qualitative Inorganic Microanalysis. Longmans, Green & Co., London, 1946, S. 37. — ² BERMEJO, F., u. A. PRIETO: Aplicaciones Analíticas del AEDT y Análogos, Secretariado de Publicaciones de la Universidad de Santiago de Compostela, 1960, S. 86. — ³ BERMEJO, F., u. R. REY: An. Real Soc. españ. Física Quím. 55 B, 299 (1959). — ⁴ CURTMAN, L. J.: Análisis Químico Cualitativo, Manuel Marín, 3ª ed., Barcelona, 1944, S. 307. — ⁵ DUVAL, C.: Traité de Microanalyse minérale. Tome III. Presses Sci. Internat., Paris 1956, S. 280–293. — ⁶ KARAOGLANOV, Z.: diese Z. 114, 81 (1938). — ⁷ MONTEQUI, R.: Análisis Inorgánico Cualitativo, Madrid, 4ª ed., 1957, S. 307. — ⁸ TREADWELL, F. P.: Tratado de Química Analítica Cualitativa, Manuel Marín, 2ª ed., Barcelona, 1925, S. 494.

Prof.Dr.F. BERMEJO MARTINEZ, General Mola 21-30, Santiago de Compostela (Spanien)

Aus dem Chemischen Untersuchungsamt für das Saarland, Saarbrücken

Beiträge zur Fluorimetrie

III. Die fluorimetrische Bestimmung der Naphthionsäure unter Verwendung von kurzwelligem UV-Licht (313 nm)*

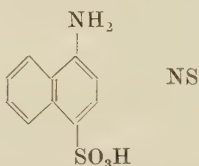
Von

J. EISENBRAND und H. MEYER

Mit 6 Textabbildungen

(Eingegangen am 16. Januar 1960)

Die Bestimmung der Naphthionsäure (NS)



in biologischen Ansätzen besitzt ein gewisses Interesse³. Die Naphthionsäure zeigt eine starke Fluoreszenz im UV, die sich zu ihrer fluorimetrischen Bestimmung eignet.

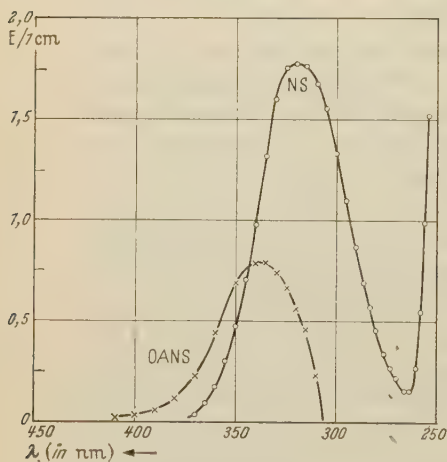


Abb. 1.

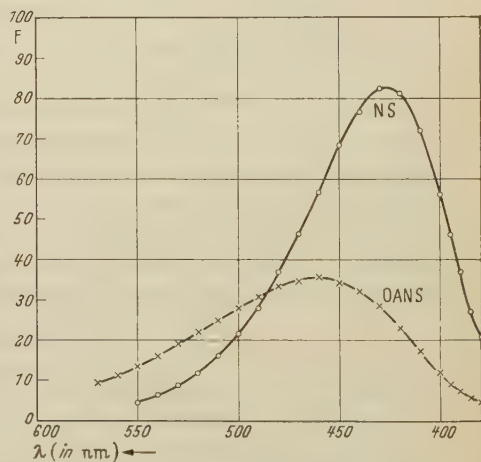


Abb. 2

Abb. 1. Absorptionsspektren der Naphthionsäure (NS) und der 1-Oxy-2-aminonaphthalin-4-sulfonsäure (OANS) (pH 7,8). Konzentration: $4,6 \cdot 10^{-4}$ m Na-Naphthionat- bzw. OANS-Lösung

Abb. 2. Fluoreszenzspektren von Naphthionsäure (NS) und OANS (pH 7,8). Erregerlinie: 366 nm

Wir haben das Absorptionsspektrum der Naphthionsäure (Abb.1) im Zeiss-Spektralphotometer PMQ II gemessen, ebenso das Fluoreszenz-

* Frühere Mitteilungen^{2,6,7}.

spektrum, welches ein Maximum bei 425 nm (Abb. 2) besitzt. Das Gebiet größter Lichtabsorption der Naphthionsäure liegt zwischen 315 und 325 nm, während die meist übliche Erregerlinie 366 nm eine viel geringere Lichtintensität erregt. Wir haben aus diesem Grunde für die Fluorimetrie der Naphthionsäure die Quecksilberlinie 313 nm als Erregerlinie gewählt*.

Apparatur. Abb. 3 zeigt die Anordnung des von uns benutzten Zeiss-Spektralphotometers PMQ II. Die dort ursprünglich eingebaute Glasoptik wurde herausgenommen, da sie 313 nm nicht mehr genügend durchläßt.

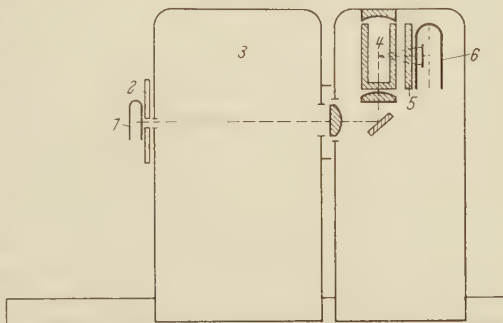


Abb. 3. Apparatur: 1 Quarzlampe; 2 Blende; 3 Monochromator; 4 Flüssigkeitsstrog; 5 Sperrfilter; 6 Vervielfacher-Photozelle. Der Abstand Blende—Monochromator beträgt 2 cm

Bei der Bestimmung der Naphthionsäure muß man berücksichtigen, daß diese ein Fluoreszenzindicator ist¹. Der Umschlag erfolgt, wie Abb. 4 zeigt, im pH -Gebiet zwischen pH 1 und pH 5. Bei pH 6 ist die volle Fluoreszenzintensität erreicht und bleibt dann bis über pH 8 hinaus konstant. Daher führten wir die Konzentrationsbestimmung bei pH 7,8 durch.

Die Abhängigkeit der Fluoreszenzintensität von der Konzentration wird bei 313 nm in einem Bereich von $2,4 \cdot 10^{-6}$ bis $1,2 \cdot 10^{-9}$ g/ml ($= 24 \cdot 10^{-2}$ bis $12 \cdot 10^{-5}$ mg-%) Natriumnaphthionat gemessen. Die bilogarithmisch

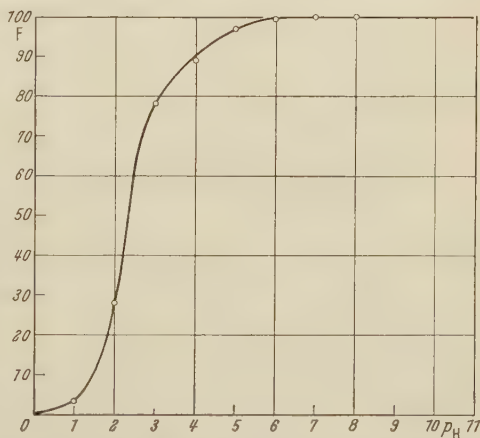


Abb. 4. pH -Abhängigkeit der Fluoreszenzintensität der Naphthionsäure. Erregerlinie 313 nm

aufgetragene Kurve (Abb. 5) verläuft im Konzentrationsbereich von $1,6 \cdot 10^{-9}$ bis etwa $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml linear. Der Blindwert der Fluoreszenz

* Das Fluoreszenzspektrum in Abb. 2 mußte unter Einstrahlung von 366 nm gemessen werden, da ein zweiter Monochromator uns noch nicht zur Verfügung stand. Bekanntlich ist der relative Intensitätsverlauf des Spektrums gleichartig, unabhängig davon ob 313 oder 366 nm eingestrahlt wird⁸. Der Einfachheit halber wurden die Fluoreszenzspektren nicht auf energiegleiche Spektren umgerechnet.

liegt in Höhe von $3,9 \cdot 10^{-9}$ g/ml. Die unterste erreichbare Meßgrenze liegt unter diesen Umständen, wie aus Abb. 5 hervorgeht, bei etwa $1,2 \cdot 10^{-9}$ g/ml, d. h. $0,001 \mu\text{g/ml}$.

Hieraus ergibt sich, daß die Bestimmung von Naphthionsäure mit Hilfe kurzwelligen ultravioletten Lichtes zur Mikromethode geeignet ist.

Das Problem der Mikrobestimmung der Naphthionsäure trat für uns im Zusammenhang mit der Aufspaltung des Azofarbstoffes Azorubin S durch Milchsäurebakterien auf, wobei als Spaltprodukte bekanntlich^{4,5} Naphthionsäure (NS) und 1-Oxy-2-aminonaphthalin-4-sulfonsäure (OANS) entstehen.

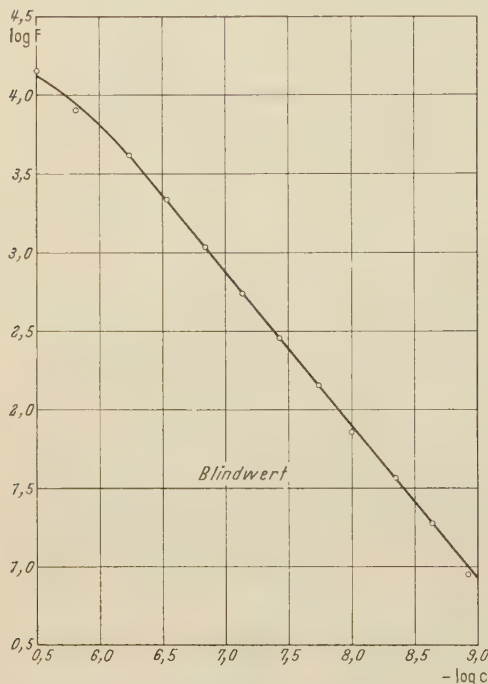
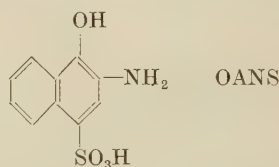


Abb. 5. Fluorimetrische Eichkurve von Natriumnaphthionat, c in Gramm/Milliliter

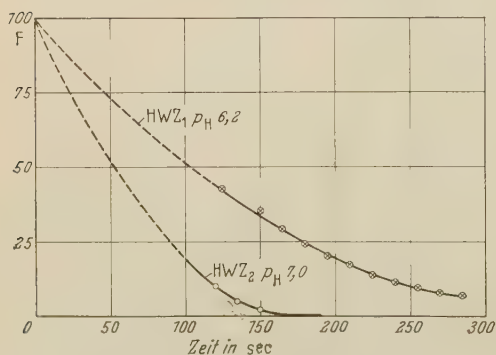


Abb. 6. Zersetzungsgeschwindigkeit der OANS. Erregerlinie 366 nm. Fluoreszenz 452 nm

Letztere besitzt eine Absorptionsbande zwischen 330 und 345 nm (Abb. 1), ihr Fluoreszenzspektrum zeigt ein Maximum bei 460 nm (Abb. 2).

Die fluorimetrische Bestimmung der Naphthionsäure in Gäransätzen mit Azorubin wird nach unseren bisherigen Erfahrungen durch das zweite Spaltprodukt OANS nicht wesentlich beeinflusst. Nach Abb. 1 ist für OANS bei der Erregerlinie 313 nm eine schwächere Fluoreszenz

zu erwarten als bei der Naphthionsäure. Dies wird durch die Fluoreszenzspektren bestätigt (Abb. 2).

Als besonders vorteilhaft wirkt sich ferner folgender Umstand aus: Wie wir feststellen konnten, ist die Fluorescenz von OANS in Lösung bei p_H -Werten über 6 nicht beständig, sie verschwindet schon nach wenigen Minuten (Abb. 6). Die Halbwertszeit, d. h. die Zeit in der die Fluorescenz auf die halbe Intensität zurückgegangen ist, beträgt bei p_H 6,2 und 25° C etwa 100 sec, bei p_H 7,0 unter gleichen Bedingungen nur 50 sec. Bei höheren p_H -Werten geht die Abnahme so schnell, daß sie nicht mehr meßbar ist.

Dagegen haben wir eine Schwächung der Fluorescenzintensität von Naphthionsäurelösung durch die Zersetzungsprodukte der OANS festgestellt, wenn die Konzentrationen $1 \cdot 10^{-7}$ g/ml überschritten werden. Bei Konzentrationsbestimmungen muß diese „Löschung“, die im Bereich von $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml bereits über 10% beträgt, berücksichtigt werden. Man braucht also nur die Versuche so anzulegen, daß man nach Alkalisieren einige Minuten wartet, damit die OANS-Fluorescenz verschwunden ist.

Auf Grund dieser Feststellungen haben wir in Milchgäransätzen mit Azorubin die Bildung der Naphthionsäure innerhalb bestimmter Zeiten verfolgen und den Zeitpunkt ermitteln können, zu dem die erste meßbare Menge dieses reduktiven Spaltproduktes im Ansatz vorhanden war.

Tabelle. Prozentuale Spaltung des Azorubins
in Abhängigkeit von der Gärzeit

Zeit Minuten	Buttermilchzusatz %					
	20	10	5	0,5	0,05	0
0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
15	0,44	0,33	0,17	0,0	0,0	0,0
30	1,1	0,29	0,25	0,0	0,0	0,0
60	4,3	1,2	0,63	0,15	0,0	0,0
90	7,0	3,2	1,4	0,30	0,04	0,0
120	17,6	8,0	3,2	0,6	0,08	0,31
180	33,0	23,6	9,2	1,5	0,50	1,35
240	38,8	33,8	36,0	3,6	0,65	0,70

Die Gärversuche werden nach der folgenden Arbeitsmethode angesetzt und, nach den in der Tabelle angegebenen Zeiten, aufgearbeitet.

Arbeitsmethodik. 1. Vorbereitung der Gäransätze. Unter sterilen Bedingungen werden Ansätze mit 100 mg-% Azorubin (43,5%) sowie

20; 10; 5; 0,5; 0,05 und 0% Buttermilch in abgekochter Vollmilch hergestellt. Die Versuchsreihe bleibt bei 28° C stehen.

2. Vorbereitung der Meßlösung. 10 ml Gäransatz werden mit 0,1 ml gesättigter CaCl_2 -Lösung versetzt und im Wasserbad 5 min erhitzt. Das hierbei erhaltene Serum wird nach dem Erkalten von der Fällung durch Zentrifugieren abgetrennt. 1 ml Serum wird mit 0,01 m Na_2HPO_4 -Lösung, die auf p_H 7,8 eingestellt ist, auf 50 ml verdünnt. Nach 10 min wird in der filtrierten Lösung die Fluorescenz durch Vergleich mit einer Naphthionsäure-Eichlösung von p_H 7,8 bestimmt.

Wie aus der Tabelle ersichtlich ist, treten bereits nach 15 min die ersten meßbaren Mengen an Naphthionsäure auf, und zwar bei 20% Buttermilchzusatz 1,2 μg , bei 10% etwa 0,9 μg und bei 5% nur 0,45 $\mu\text{g/ml}$ Ansatz. Bemerkenswert ist, daß unter den beschriebenen Bedingungen bereits 0,04% Spaltung des roten Farbstoffes, entsprechend 0,1 μg Naphthionsäure/ml, fluorimetrisch erfaßt werden können.

Die praktische Bedeutung der Meßmöglichkeit so kleiner Mengen Naphthionsäure als Spaltprodukt von Azorubin liegt darin, daß man damit einen sehr empfindlichen Redoxindicator für die Reduktionsleistung lebender Zellen in die Hand bekommen hat. Schon nach 15 min, d. h. innerhalb einer einzigen Zellteilungsperiode, wird das Azorubin als Fluoreszenzindicator mit Hilfe der Naphthionsäure wirksam.

Zusammenfassung

Es wird über die fluorimetrische Bestimmung der Naphthionsäure bei pH 7,8 und der Erregerlinie 313 nm berichtet. Die Methode erlaubt es, Mengen bis zur Größenordnung von 0,001 $\mu\text{g/ml}$ Naphthionsäure zu messen. Als Anwendungsbeispiel wird die Bestimmung der Naphthionsäure in Gegenwart von OANS in Milchgäransätzen mit Azorubin und verschiedenen Konzentrationen Buttermilch beschrieben und gezeigt, daß der neue Fluoreszenzredoxindicator so empfindlich ist, daß er innerhalb einer einzigen Teilungsperiode meßbare Fluoreszenzintensitäten liefert.

Literatur

¹ DÉRIBÉRE, M.: Ann. Chim. analyt. Chim. appl. (3) **19**, 262 (1937); vgl. diese Z. **116**, 341 (1939). — siehe auch: DANCKWORTT, P. W., u. J. EISENBRAND: Lumineszenz-Analyse im filtrierten ultravioletten Licht. 6. Aufl., S. 71, Leipzig 1956. — ² EISENBRAND, J.: diese Z. **140**, 401 (1953). — ³ EISENBRAND, J., u. A. KLAUCK: Naturwissenschaften **44**, 262 (1957). — ⁴ EISENBRAND, J., u. A. KLAUCK: Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **108**, 225 (1958). — ⁵ EISENBRAND, J., u. D. PFEIL: Naturwissenschaften **42**, 97 (1955). — ⁶ EISENBRAND, J., u. D. PFEIL: diese Z. **154**, 167 (1957). — ⁷ PFEIL, D.: diese Z. **154**, 5 (1957). — ⁸ WAWILOW, S. J.: Z. Physik **42**, 311 (1927); siehe auch: DANCKWORTT, P. W., u. J. EISENBRAND: Lumineszenz-Analyse im filtrierten ultravioletten Licht. 6. Aufl., S. 31, Leipzig 1956.

Professor Dr. J. EISENBRAND, Saarbrücken, Mainzer Straße 233

Chemistry Department, Faculty of Science, Cairo and Assiut University,
Egypt (U.A.R.)

Oxidations with Potassium Permanganate in the Presence of Fluoride

III. Determination of Chromium(III) and Vanadium(IV)*

By

I. M. ISSA and M. HAMDY

(Received January 16, 1960)

In previous investigations⁵ chromium^{1,3} and vanadium² were determined by oxidation with an excess of permanganate in alkaline solution followed by titrating back the excess permanganate with formic acid or monovalent thallium. The back titration of excess permanganate with

* Part II: ISSA, I. M., and M. HAMDY: Z. analyt. Chem. **172**, 162 (1960).

ferrous iron after rendering the medium acid cannot be used in these cases owing to the tendency of Cr^{6+} and V^{5+} to become reduced to their lower valency states by the reductant. In this investigation a method will be devised in which Cr^{3+} or V^{4+} is oxidised with an excess of potassium permanganate and in which the excess oxidant is determined by reduction with monovalent mercury⁴. Advantage is taken in this connection of the fact that hexavalent chromium or quinquevalent vanadium is not reduced with monovalent mercury⁵.

Experimental

Preparation and Standardisation of Solutions

The permanganate solutions (0.1091 N and 0.0815 N) and monovalent mercury solutions (0.0751 N and 0.0988 N) were prepared and standardised as given before⁴. Similarly the chromium (0.0535 N) and the vanadium solutions (0.1129), were prepared and standardised according to recommended procedures^{1,3}.

Other Reagents. 5 N NaOH, 9 N H_2SO_4 , 0.25 M CuSO_4 and 2% NaF solutions.

Working Procedure

To an excess of KMnO_4 solution (usually 10 ml) placed in a conical flask, sufficient sodium hydroxide solution is added dropwise while stirring to make the solution from 0.25 M to 1.67 M with respect to the alkali. To this mixture the Cr^{3+} or V^{4+} solution is added dropwise while stirring. After ~ 5 min, the mixture is acidified with sulphuric acid so that the solution still contains 5 ml of ~ 9 N sulfuric acid more than the volume required for the neutralisation of the alkali hydroxide. To this mixture 50–75 ml of 2% NaF solution are then added followed by the appropriate volume of 0.25 M CuSO_4 and an excess of mercurous nitrate solution. The mixture is stirred and heated to $\sim 40^\circ\text{C}$. After ~ 5 min the solution becomes clear and the excess mercurous is then titrated with KMnO_4 solution.

Results

Although the final forms of the reactions under hand are as follows:



and



yet the reaction takes place in three different steps viz.

a) Oxidation of Cr^{3+} or V^{4+} with potassium permanganate in alkaline medium and these reactions take place quantitatively as was shown before^{1,3} whether the reduction product of permanganate is manganate or manganese dioxide.

b) Reduction of MnO_2 formed after acidification of the solution containing excess KMnO_4 with monovalent mercury. This reaction goes to completion as can be seen from the disappearance of MnO_2 on heating at 40°C for ~ 5 min especially in the presence of an excess of Hg_2^{2+} .

c) Titration of excess mercurous with potassium permanganate: This reaction is also a quantitative one as was shown before⁴. It is necessary to remark that because a considerable amount of Mn^{3+} is produced in this

reaction, Cu^{2+} ions should be present in such a quantity that the molar ratio of $\text{Cu}^{2+} : \text{Mn}^{3+}$ is 12 : 1. The end point for the titration of Hg_2^{2+} with KMnO_4 is detected by the appearance of a violet or lilac colour (the effect of copper(II) ions will be published later).

Results for Chromium

The results obtained in the case of chromium are given in Tables 1 to 3. From the data shown in these tables it is apparent that the method gives good results compared to other methods applied for the determination of chromium provided that the optimum conditions for the oxidation of both chromium¹ with alkaline KMnO_4 and monovalent mercury⁴ (with acid permanganate) are chosen.

Table 1. *Effect of Alkalinity*

Oxidation of 5 ml of 0.0535 N Cr^{3+} with 10 ml of 0.0815 N KMnO_4 in presence of alkali, using 5 ml of 0.0988 N Hg_2^{2+} to react with excess KMnO_4 in presence of NaF, H_2SO_4 and CuSO_4 . Reaction time = 5 min

Alkalinity of the medium N	Vol. of 0.0815 N $\text{KMnO}_4 \equiv$ excess Hg_2^{2+} ml	Vol. of 0.0815 N KMnO_4 consumed by Cr^{3+} ml	Vol. of 0.0815 N $\text{KMnO}_4 \equiv$ to the Cr^{3+} ml	Error %
0.31	1.71	4.13	4.10	0.73
0.71	1.70	4.12	4.10	0.49
1.51	1.70	4.12	4.10	0.49
1.81	1.71	4.13	4.10	0.73

Table 2. *Effect of Time*

Oxidation of 5 ml of 0.0535 N Cr^{3+} with 10 ml of 0.0815 N KMnO_4 in presence of 0.70 N NaOH at different time intervals, using 5 ml of 0.0988 N Hg_2^{2+} to react with excess KMnO_4 in presence of NaF, H_2SO_4 and CuSO_4

Time of reaction min	Vol. of 0.0815 N $\text{KMnO}_4 \equiv$ to excess Hg_2^{2+} ml	Vol. of 0.0815 N KMnO_4 consumed by Cr^{3+} ml	Vol. of 0.0815 N $\text{KMnO}_4 \equiv$ to the Cr^{3+} ml	Error %
5	1.70	4.12	4.10	0.49
10	1.70	4.12	4.10	0.49
15	1.71	4.13	4.10	0.73
30	1.71	4.13	4.10	0.73

From the data given in Table 3 it is also clear that the alkalinity of the medium has but a little effect on the results. It is immaterial in these reactions whether reduction of permanganate passes to manganate or MnO_2 since the mercurous added in the subsequent step will reduce all reduction products of permanganate to the trivalent state. Care, however, should be taken to overcome any factor liable to bring about autodecomposition of permanganate such as the use of high alkalinities and allowing the reaction mixture to stand for a long period of time. The data shown

in Table 2 indicate that 5 min are quite sufficient for the reaction to go to completion. Good results were also obtained on leaving the reaction mixture for ~ 30 min but in this case the alkalinity was kept as low as 0.70 M.

On acidification MnO_2 is formed partly by the disproportionation of MnO_4^{2-} into MnO_2 and MnO_4^- and partly as a reduction product. After addition of monovalent mercury at this stage the reaction mixture should be heated to 40°C in order to enhance reaction between MnO_2 and Hg_2^{2+} .

Table 3. *Effect of Cr^{3+} Concentration*

Oxidation of different volumes of 0.0535 N Cr^{3+} with 10 ml 0.0815 N KMnO_4 .
(Reaction time = 5 min)

Alkalinity N	Vol. of 0.0535 N Cr^{3+} ml	Vol. of 0.0988 N Hg_2^{2+} added ml	Vol. of 0.0815 N $\text{KMnO}_4 \equiv$ to excess Hg_2^{2+} ml	Vol. of 0.0815 N KMnO_4 con- sumed by Cr^{3+} ml	Vol. of 0.0815 N $\text{KMnO}_4 \equiv$ to Cr^{3+} ml	Error %
0.71	5	5	1.70	4.12	4.10	0.49
0.76	4	5	0.86	3.28	3.28	nil
0.76	4	7	3.88	3.27	3.28	0.3
0.81	3	5	0.06	2.48	2.46	0.81
0.86	2	7	2.25	1.64	1.46	nil

Furthermore as can be visualised from the data shown in Table 3 quantities of chromium varying from 1.855 to 4.639 mg can be determined accurately.

Results for Vanadium

From the data shown in Table 5 it is apparent that 3 min are not sufficient for the reaction to go to completion. It is essential to leave the

Table 4. *Effect of Alkalinity*

Oxidation of 5 ml of 0.1129 N V^{4+} with 15 ml of 0.1091 N KMnO_4 in alkali using 15 ml of 0.0751 N Hg_2^{2+} to react with excess KMnO_4 in presence of H_2SO_4 , NaF and CuSO_4 . (Time of reaction = 5 min)

Alkalinity N	Vol. of KMnO_4 consumed by excess Hg_2^{2+} ml	Vol. of KMnO_4 consumed by V^{4+} ml	Theoretical vol. of $\text{KMnO}_4 \equiv \text{V}^{4+}$ ml	Error %
0.24	4.40	6.50	6.47	0.46
0.45	4.38	6.48	6.47	0.15
0.65	4.38	6.48	6.47	0.15
0.83	4.40	6.50	6.47	0.46
1.15	4.42	6.52	6.47	0.77
1.43	4.38	6.48	6.47	0.15
1.67	4.36	6.48	6.47	0.15

permanganate-vanadium(IV)mixture for at least 5 min in order to obtain quantitative results. Good results are obtained as shown from the data

given in Table 4, provided that the optimum conditions for the oxidation of vanadium(IV) with alkaline permanganate² and the optimum conditions for the titration of Hg_2^{2+} with KMnO_4 in the presence of fluoride are applied⁴. Thus by changing the alkalinity from 0.2 to 1.67 N NaOH,

Table 5. *Effect of Concentration of V^{4+}*
Oxidation of V^{4+} with KMnO_4 , in 0.83 N NaOH using 15 ml of 0.0751 N Hg_2^{2+} to react with excess KMnO_4 in presence of H_2SO_4 , NaF and CuSO_4
(Time of reaction = 5 min)

Vol. of 0.109 N KMnO_4 ml	Vol. of 0.1129 N V^{4+}		Vol. of 0.1091 N KMnO_4 consumed by excess Hg_2^{2+} ml	Vol. of 0.1091 N KMnO_4 consumed by V^{4+} ml	Theoretical vol. of KMnO_4 $\equiv$ to V^{4+} ml	Error %
	ml	mg				
5	1	5.75	9.20	1.30	1.29	0.78
10	3	12.26	6.80	3.90	3.87	0.78
15	5	28.76	4.39	6.49	6.47	0.31
10	4	23.01	8.06	5.16	5.18	0.39
20	9	51.77	4.54	11.64	11.65	0.09
15*	5	28.76	4.60	6.60	6.47	2.01

* Time of reaction 3 min.

the results are concordant with the theoretical values. By this process quantities of vanadium amounting to 51.77 mg can be estimated with fair accuracy as can be seen from Table 5.

Summary

Trivalent chromium and quadrivalent vanadium can be determined with fair accuracy by a method consisting in mixing either with an excess of KMnO_4 in the presence of 0.3 to 1.8 M alkali hydroxide. After leaving the mixture for 5 min, the solution is acidified with sulphuric acid and mixed with 50 to 75 ml of 2% NaF solution. An excess of monovalent mercury Hg_2^{2+} solution is then added, the solution heated to 40° C and then titrated with KMnO_4 solution in the presence of Cu^{2+} ions to conceal the pink manganic fluoride colour.

References

- ¹ ISSA, I. M., A. A. ABDUL AZIM and R. M. ISSA: *Anal. chim. Acta* (Amsterdam) **12**, 92 (1955); cf. *Z. analyt. Chem.* **148**, 231 (1955/56). — ² ISSA, I. M., and A. M. DAESS: *Recueil Trav. chim. Pays-Bas* **75**, 51 (1956); cf. *Z. analyt. Chem.* **153**, 210 (1956). — ³ ISSA, I. M., and R. M. ISSA: *Anal. chim. Acta* (Amsterdam) **13**, 323 (1955); cf. *Z. analyt. Chem.* **152**, 284 (1956). — ⁴ ISSA, I. M., H. KHALIFA and M. HAMDY: *Anal. chim. Acta* (Amsterdam) **16**, 301 (1957); cf. *Z. analyt. Chem.* **160**, 40 (1958). — ⁵ KELLEY, G. L., M. G. SPENCER, C. B. ILLINGWORTH and T. GRAY: *J. Ind. Engng. Chem.* **10**, 19 (1918); cf. *Z. analyt. Chem.* **65**, 143 (1924/25).

Dr. I. M. ISSA, Chemistry Dept. Faculty of Science, Assiut University, Assiut, Egypt, U.A.R.

Über die Genauigkeit photometrischer Cerbestimmungen als Cer(IV)-sulfatkomplexe

Von

G. GOTTSCHALK und H. BARTSCH

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 19. Januar 1960)

Cer(III)-Ionen reagieren in schwefelsaurer Lösung in Gegenwart von katalytisch wirkenden Ag-Ionen mit Ammoniumpersulfat zu gelb gefärbten Cer(IV)-sulfatkomplexen. Die katalysierte Oxydation von Ce^{III} und Mn^{II} kann durch die intermediäre Bildung von Ag^{III} -Komplexen wie etwa $[\text{OAgSO}_4]^-$ gedeutet werden (siehe hierzu auch J. KLEINBERG³). Ce^{IV} -Nitrats und Perchlorate in salpetersaurer bzw. perchlorsaurer Lösung besitzen zwar eine intensivere Gelbfärbung als Sulfate oder auch Chloride, doch ist in diesen Systemen sowohl die Komplexbildungstendenz als auch die Stabilität der Ce^{IV} -Stufe schwächer. Ce^{IV} -Sulfatkomplexe in Schwefelsäure sind z. B. stabiler als MnO_4^- -Ionen unter gleichen Verhältnissen.

Die photometrische Ce-Bestimmung als Ce^{IV} -Sulfatkomplex ist im Prinzip seit längerer Zeit bekannt und auch ausführlich beschrieben⁴. Das Absorptionsmaximum liegt bei 315 nm. Die Absorptionskurve im Bereich von 240–440 nm zeigt Abb. 1, in die auch für die Photometrie geeignete Hg-Linien einer Hg-Spektrallampe eingezeichnet sind². Im folgenden werden Bewertungsgrößen für die Wellenlänge 366 nm und 436 nm mitgeteilt, die aus Testanalysen mit einer kürzlich

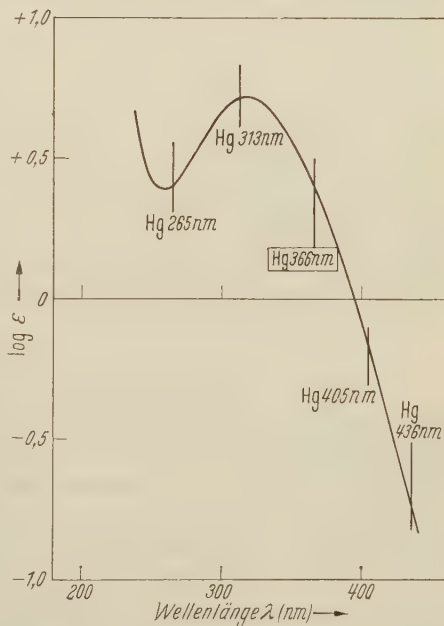


Abb. 1. Absorptionskurve von Cer(IV)-sulfatkomplexen in 1 n Schwefelsäure ($0,2 \mu\text{Mol Ce/ml}$). $\epsilon = E/b \cdot d$ (E Extinktion; b Ce-Konzentration in $\mu\text{Mol/ml}$; d Schichtdicke in Zentimeter)

beschriebenen statistischen Auswertung¹ erhalten wurden. Darüber hinaus wird der Einfluß von Fremdionen quantitativ erfaßt. Die Untersuchungen erstrecken sich über den Konzentrationsbereich von 1,0 bis 0,001 $\mu\text{Mol/ml}$ $\triangleq$ 14 mg bis 14 μg Ce in 100 ml Lösung; sie wurden mit dem Eppendorf-Photometer* (Hg-Lampe, Photozelle 90 b) durchgeführt.

Arbeitsmethodik

Die von Halogenionen und Reduktionsmitteln freie Ce-Lösung (unter Umständen mit Schwefelsäure abrauchen) wird in einen 100 ml-Meßkolben übergeführt und bis zur schwachen Trübung tropfenweise mit 2 n NaOH-Lösung versetzt. Danach gibt man 20,0 ml 5 n Schwefelsäure hinzu und verdünnt mit Wasser auf 50 ml. Nach Zusatz von 1 ml 0,1 m AgNO_3 -Lösung und 5,0 ml 0,1 m $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ -Lösung (frisch bereitet) wird mit Wasser bis fast zur Marke aufgefüllt und die Lösung nach guter Durchmischung für 30 min in ein siedendes Wasserbad gestellt. Man kühlt die Lösung unter fließendem Leitungswasser ab, temperiert 15 min im Thermostaten auf 20° C und photometriert nach Auffüllen des Kolbens mit Wasser innerhalb von 20 min gegen reines Wasser als Standard. Es wird die Rohextinktion E_x erhalten, die eine Blindextinktion E_B und unter Umständen eine Fremdextinktion E_F einschließen kann.

Ein mittlerer Blindwert $\overline{E_B}$ wird bei n Proben aus n Blindansätzen mit allen verwendeten Reagentien erhalten, wobei auch etwaige Vorbehandlungen der Analysensubstanz (Aufschluß, Fällung, Extraktion usw.) in die Blindoperationen einzubeziehen sind. Zur Ausschaltung von Küvettenfehlern ist die Blindlösung in die gleiche Küvette wie die Probelösung einzufüllen. Man mißt gegen reines Wasser als Standard.

Bei Anwesenheit von Fremdionen mit photometrierbaren Eigenfärbungen gibt man eine vergrößerte, vorbehandelte und gelöste Einwaage in einen Meßkolben und photometriert aliquote Anteile. Zur Ermittlung der Fremdextinktion E_F wird wie bei den Proben verfahren, doch entfällt der Zusatz von Persulfat. Die Lösung wird in der gleichen Küvette wie die Proben photometriert.

Die Ce-Extinktion ergibt sich nach:

$$E = E_x - \overline{E_B} - E_F.$$

Einfluß der Arbeitsbedingungen

Die Endlösung ist 1,0 n an freier Schwefelsäure. Eine Variation der H_2SO_4 -Konzentration ist nur im Bereich von 0,8–1,5 n ohne Einfluß. Unter 0,5 n wird die volle Farbintensität nicht erreicht, was sowohl durch Hydrolyse der Ce-Komplexe als auch durch eine zu kleine Bildungsgeschwindigkeit des katalysierenden Ag^{III} -Komplexes verursacht sein kann. Oberhalb von 2 n an Schwefelsäure beobachtet man ein mehr oder minder starkes Verblässen. Dieser Effekt dürfte auf eine mit der H_2SO_4 -Konzentration wachsende Zersetzungsgeschwindigkeit nach



und einen schnelleren Zerfall der Ag^{III} -Komplexe zurückzuführen sein. Hierdurch fehlen einerseits ausreichende Mengen von Ag^{III} , andererseits wird gebildetes Ce^{IV} durch H_2O_2 wieder reduziert.

* Fa. Netheler u. Hinz, Hamburg.

5,0 ml 0,1 m Persulfatlösung $\wedge$ 0,5 mMol können theoretisch 1 mMol Ce oxydieren. Für die obere Ce-Menge von $1,0 \mu\text{Mol/ml} \wedge 0,1 \text{ mMol Ce}$ in 100 ml entspricht die Persulfatmenge einem 10fachen Überschuß an Oxydationsmittel. Die Persulfatkonzentration, die nach der Vorschrift zunächst 0,005 m ist, soll 0,01 m nicht überschreiten. Größere Überschüsse bewirken ein längeres störendes Perlen von O_2 -Blasen und begünstigen die Bildung von H_2O_2 , das gebildetes Ce^{IV} reduziert. Die Ag-Konzentration von 0,001 m ist auf H_2SO_4 - und Persulfat-Konzentration abgestimmt. Zur Steigerung der Reaktionsgeschwindigkeit muß nach Zugabe der Reagentien für 30 min in ein siedendes Wasserbad gestellt werden. Zumindest im Temperaturbereich von $20 \pm 2^\circ \text{C}$ ist die Extinktion praktisch von der Temperatur unabhängig, so daß in diesem Intervall ein Temperieren im Thermostaten nicht unbedingt notwendig ist. Im allgemeinen bleibt die Extinktion für mehr als 6 Std konstant, doch sei nach Erwärmen und Abkühlen die Messung innerhalb von 20 min empfohlen.

Bewertung des Grundverfahrens

Messung bei Hg 436 nm:

Es wurden $n = 40$ Testanalysen von 10 Vierergruppen der Konzentrationen

$$1,0/0,8/0,6/0,4/0,2 // 0,10/0,08/0,06/0,04/0,02 \mu\text{Mol Ce} \cdot \text{ml}^{-1} \\ \text{d. h. } 14/11/8,4/5,6/2,8 // 1,4/1,1/0,84/0,56/0,28 \text{ mg Ce je } 100 \text{ ml}$$

mit Küvetten von $d = 4,000 \text{ cm}$ durchgeführt, wobei Extinktionen von $E = 0,86 - 0,02$ gemessen wurden. Die Korrelationsrechnung ergab eine *strenge Erfüllung* des Lambert-Beerschen Gesetzes. Durch Ausgleichsrechnung wurde als Extinktionskoeffizient gefunden:

$$436 \text{ nm} \quad \begin{cases} [\varepsilon] = 0,21421 \text{ cm}^2 \cdot \mu\text{Mol}^{-1} \\ s_{[\varepsilon]} = \pm 0,00017 \text{ cm}^2 \cdot \mu\text{Mol}^{-1} \end{cases}$$

Für die Berechnung der Gesamtmenge Ce in 100 ml Lösung nach $c = [\omega] \cdot E \text{ mg Ce}$ ist daher der Umrechnungsfaktor:

$$[\omega] = \frac{100 \cdot 140,13}{1000 \cdot [\varepsilon] \cdot d} = \frac{65,417}{d} \text{ mg Ce/100 ml}$$

zu verwenden.

Als Standardabweichung s_k ergab sich:

$$436 \text{ nm} \quad s_k = \pm \frac{0,0087}{d} \mu\text{Mol} \cdot \text{ml}^{-1} \triangleq \pm \frac{0,122}{d} \text{ mg Ce/100 ml.}$$

Die Bestimmungsgrenze nach $c_N = \sqrt{2 \cdot s_k \cdot t} \text{ (99,9, } f = 38) \text{ folgt zu:}$

$$c_N = 0,011 \mu\text{Mol} \cdot \text{ml}^{-1} \triangleq 0,15 \text{ mg Ce/100 ml.}$$

Messung bei Hg 366 nm:

Es wurden $n = 40$ Testanalysen von 10 Vierergruppen der Konzentrationen

$$0,10/0,08/0,06/0,04/0,02 \text{ // } 0,010/0,008/0,006/0,004/0,002 \text{ } \mu\text{Mol Ce} \cdot \text{ml}^{-1} \\ \text{d.h. } 1,4 \text{ / } 1,1 \text{ / } 0,84/0,56/0,28 \text{ // } 0,14 \text{ / } 0,11 \text{ / } 0,084/0,056/0,028 \text{ mg Ce/100 ml}$$

mit Küvetten $d = 4,000$ cm durchgeführt, wobei Extinktionen von $E = 1,15 - 0,025$ gemessen wurden. Die Korrelationsrechnung ergab eine *strenge Erfüllung* des Lambert-Beerschen Gesetzes.

Durch Ausgleichsrechnung wurde als Extinktionskoeffizient gefunden:

$$366 \text{ nm} \quad \begin{array}{l} [\varepsilon] = 2,8823 \text{ cm}^2 \cdot \mu\text{Mol}^{-1} \\ s[\varepsilon] = \pm 0,0023 \text{ cm}^2 \cdot \mu\text{Mol}^{-1}. \end{array}$$

Für die Berechnung der Gesamtmenge Ce in 100 ml Lösung nach $c = [\omega] \cdot E$ mg Ce ist daher der Umrechnungsfaktor:

$$[\omega] = \frac{4,6817}{d} \text{ mg Ce/100 ml}$$

zu verwenden.

Als Standardabweichung s_k ergab sich:

$$366 \text{ nm} \quad s_K = \pm \frac{0,00095}{d} \mu\text{Mol} \cdot \text{ml}^{-1} \triangleq \frac{0,0133}{d} \text{ mg Ce/100 ml}$$

Die Bestimmungsgrenze folgt zu:

$$c_N = 0,0012 \mu\text{Mol} \cdot \text{ml}^{-1} \triangleq 17 \mu\text{g Ce/100 ml}.$$

Einfluß von Fremdionen

Der Einfluß von Kationen wird im folgenden in Form eines molaren Störungsverhältnisses

$$1 : \frac{\varepsilon_{Ce}}{\varepsilon_F} = 1 : \frac{C_F}{C_{Ce}} = 1 : \kappa$$

angegeben. Der κ -Wert besagt, daß bei Photometrie einer bestimmten molaren Ce-Menge die κ -fache molare Menge eines Fremdkations die gleiche Extinktion wie die Ce-Menge besitzt.

Je nach Größe von κ ist folgende Bewertung des Einflusses vorzunehmen:

$$\begin{array}{ll} \kappa \leq 10000: & \text{praktisch ohne Einfluß} \\ 1000 < \kappa \leq 10000: & \text{schwacher Einfluß} \\ 100 < \kappa \leq 1000: & \text{merklicher Einfluß} \\ 10 < \kappa \leq 100: & \text{starker Einfluß} \\ \kappa \leq 10: & \text{sehr starker Einfluß.} \end{array}$$

Die nachfolgende Tabelle gibt eine Zusammenstellung von α -Werten verschiedener Fremdionen bei den Meß-Wellenlängen 436 und 366 nm. Die angeführten Streuungen sind Standardabweichungen.

Tabelle. Störkoeffizienten α einiger Fremdkationen

Ion	366 nm	436 nm	Ion	366 nm	436 nm
Mn ^{II}	3,29 ± 0,11	2,80 ± 0,25	La	2520 ± 210	2230 ± 170
Co	10300 ± 400	170 ± 4	Fe ^{III}	12,2 ± 0,1	122 ± 3
Ni	1630 ± 40	254 ± 31	Cr ^{III}	31,2 ± 1,6	11,0 ± 0,2
Cu ^{II}	130000 ± 30000	150000 ± 40000	Ti ^{IV}	1900 ± 1100	186 ± 20
Al	160000 ± 90000	37300 ± 6700	V ^V *	25,0 ± 0,3	16,3 ± 0,9

* Gemessene Extinktionen und Fremdextinktionen E_F (ohne Persulfat) zeigen praktisch keine Unterschiede.

Für Cu^{II}, Al sowie mit großer Wahrscheinlichkeit auch für die farblosen Ionen von Alkalien, Be, Mg, Ca, Sc, Y, Zn, Cd, Zr, Hf, Th, Sn und anderes mehr liegt α oberhalb von 10000 (366 und 436 nm), so daß noch mindestens eine Gesamtkonzentration dieser Ionen von 0,1 m ohne Einfluß ist. Für 366 nm stört auch Co praktisch nicht. In Gegenwart von Sr, Ba und Pb müssen ausfallende Sulfate abfiltriert werden.

Einen schwachen Einfluß bei 366 nm besitzen Ni, La, Ti, wobei im Falle des La durch eventuell vorhandene Ce-Spuren der α -Wert eher zu klein gefunden wurde.

Ein merklicher Einfluß kann bei 436 nm für Co, Ni, Fe^{III} und Ti festgestellt werden.

Für 366 nm besitzen Fe^{III}, Cr^{III} und V^V und für 436 nm Cr^{III} und V^V einen starken Einfluß. Die stärkste Störung wird durch Mn hervorgerufen.

Zur Vermeidung von Störungen bei Ce-Spurenbestimmungen sei auf die Möglichkeiten von Sammelfällungen von Störionen mit Thioacetamid oder Na-a-Carbat verwiesen.

NO₃⁻ stört bis zu einer Gesamtkonzentration von 0,01 m praktisch nicht. Dagegen findet man bei einer PO₄³⁻-Konzentration von 0,01 m für 1,4 mg Ce bereits Unterbefunde von 8 (436 nm) bzw. 5 Rel-% (366 nm). Für 0,001 m PO₄³⁻ liegen die Unterbefunde nur noch in der Größenordnung von 1 Rel-%. Organische Hydroxysäuren und Halogenide stören sehr stark und müssen in jedem Falle abgetrennt werden, was zumeist in einfacher Weise durch Abrauchen mit Schwefelsäure erfolgen kann. Größere Konzentrationen an störenden Anionen sind in vielen Fällen auch durch Ionenaustausch entfernbar.

Anwendungen

Bestimmung ohne Vorbehandlung. Bei Anwesenheit von Alkalien, Be, Mg, Ca, Al, Sc, Y, Cu, Zn, Cd, Zr, Th usw. können im Extremfall Ce-Mengen bis zu Molverhältnissen von $\text{Ce} : \text{Me} = 1 : 100\,000$ direkt erfaßt werden. Oberhalb von $1 : 5000$ sollte jedoch die Fremdextinktion E_F zusätzlich gemessen werden.

Bestimmungen in Gegenwart von Fe. Sofern die Fe-Menge $1/10$ der Ce-Menge übersteigt, muß entweder E_F für Fe ermittelt oder besser Fe abgetrennt werden. Zur Abtrennung von Fe als Hauptbestandteil wird die salpeter- oder salzsaure Lösung unter Zusatz von 1 ml konzentrierter Salpetersäure zur Trockene eingedampft. Man nimmt je $0,5 \text{ mMol Fe} \wedge 28 \text{ mg Fe}$ mit 10 ml 5 n Salzsäure auf, wobei gleichzeitig quantitativ in einen Scheidetrichter übergeführt wird. Nach Zusatz einer der Salzsäuremenge gleichen Volumenmenge an Methylisobutylketon (MIK) wird 1 min geschüttelt und nach 5 min die wäßrige Phase, die nur noch $0,1 - 0,2\%$ der ursprünglichen Fe-Menge⁵ enthält, abgelassen. Man dampft zur Trockne ein, raucht mit 1 ml konzentrierter Schwefelsäure ab und verfährt weiter nach Vorschrift. Soweit möglich, sollte bei 436 nm gemessen werden.

Bestimmungen in Gegenwart von Mn. Beträgt die Mn-Menge weniger als das 10fache der Ce-Menge, was in der Praxis zumeist zutrifft, kann die Mn-Störung durch eine zusätzliche Messung bei 546 nm rechnerisch eliminiert werden. Bei dieser Wellenlänge wird praktisch nur Mn als MnO_4^- mit

$$\epsilon'_F = 2,306 \text{ cm}^2 \cdot \mu\text{Mol}^{-1}$$

erfaßt. Für 366 und 436 nm wurden für Mn als MnO_4^- $\epsilon_F = 0,877$ bzw. $0,076 \text{ cm}^2 \cdot \mu\text{Mol}^{-1}$ gefunden. Die jeweilige Ce-Menge ergibt sich unter Berücksichtigung von E'_F (546 nm) zu:

$$c = [\omega] \cdot \left[E - \frac{\epsilon_F}{\epsilon'_F} E'_F \right].$$

Man beachte eine etwa notwendige Vergrößerung der Persulfatmenge.

Bestimmung in Gegenwart von Cr. Nach Messung der Gesamttextinktion von Ce + Cr kann sowohl Ce^{IV} als auch vorhandenes Mn^{VII} durch Zugabe einiger Körnchen Natriumazid entfärbt werden, so daß der E_F -Wert für Cr^{VI} in der gleichen Lösung gesondert gemessen werden kann. Man beachte eine etwa notwendige Vergrößerung der Persulfatmenge.

Bestimmungen in Gegenwart von V. Es wird die Eigenfärbung des Vanadium als Fremdextinktion E_F in einem aliquoten Lösungsteil gemessen und in Abzug gebracht.

Zusammenfassung

Extinktionskoeffizienten ϵ und Standardabweichungen s_K der photometrischen Ce-Bestimmung als Cer(IV)-sulfatokomplex werden für monochromatisches Licht der Wellenlängen 366 und 436 nm (Hg-Spektrallampe) mitgeteilt. Arbeitsmethodik, Einfluß der Arbeitsbedingungen und störender Ionen werden diskutiert. Die Umgehung von Störungen wird an einigen Beispielen gezeigt.

Literatur

¹ GOTTSCHALK, G., u. P. DEHMEL: diese Z. **163**, 273, 330 (1958). — ² Ältere Messungen siehe z. B. KASLINE, C. T., u. M. G. MELLON: Ind. Engng. Chem. anal. Edit. **8**, 463 (1936). — ³ KLEINBERG, J.: Unfamiliar Oxidation States and Their Stabilisation, Univ. of Kansas Press, Lawrence 1950. — ⁴ SANDELL, E. B.: Colorimetric Determination of Traces of Metals, Intersci. Publ., New York, London 1950. — ⁵ SPECKER, H., u. W. DOLL: diese Z. **152**, 178 (1956). — BANKMANN, E., u. H. SPECKER: diese Z. **162**, 18 (1958).

Dr. G. GOTTSCHALK, Osram GmbH, Studiengesellschaft, Berlin-Charlottenburg 1, Helmholtzstraße 4—8

Department of Inorganic and Analytical Chemistry, Jadavpur University,
Calcutta (India)

Paper Chromatography in the Separation of Ions

Separation of Alkali and Alkaline Earth Metals

By

A. K. MAJUMDAR and BIJOLI K. PAL

(Received February 23, 1960)

With acetone, water and hydrochloric acid in different proportions, MAJUMDAR and CHAKRABARTTY successfully separated several common ions¹ and ions of precious metals² from their respective mixtures.

The present paper records a systematic study by ascending paper chromatography of the separability from one another of the alkali and alkaline earth metals under different temperatures and with solvent systems, such as ethyl cellosolve, water and hydrochloric acid and acetone, water and hydrochloric acid, in the ratio of 70 : 20 : 10. Alkaline earth metals including beryllium and magnesium have been completely separated. The separation of lithium, sodium, and potassium has been effected though rubidium and caesium always accompany potassium.

Experimental

The apparatus used and procedure adopted were the same as reported earlier¹. The test solutions of cations were prepared from the chlorides of respective metals except those of beryllium, lithium, rubidium and caesium whose nitrates were used.

The solvents used were,

A. Mono-ethyl cellosolve, water and hydrochloric acid (sp. gr. 1.19) in the ratio of 70:20:10.

B. Acetone, water and hydrochloric acid (sp. gr. 1.19) in the ratio of 70:20:10.

C. Diethyl cellosolve, water and hydrochloric acid (sp. gr. 1.19) in the ratio of 70:20:10.

D. Mono-ethyl cellosolve, water and nitric acid (sp. gr. 1.42) in the ratio of 70:20:10.

E. Acetone, water and nitric acid (sp. gr. 1.42) in the ratio of 70:20:10.

The time of development was 18 hours. Barium and strontium were detected by an aqueous solution of rhodizonic acid (sodium salt), calcium, magnesium and beryllium were sprayed with an alcoholic ammonium oxine solution and/or with the universal developer.

The alkali metals were detected with an alcoholic solution of violuric acid. A solution of sodium cobaltinitrite was found preferable for the detection of potassium, rubidium and caesium.

Results and Discussion

Good results with distinct separation of bands were obtained only with solvents A and B. With C all the members could not be separated. Such was also the case with D and E, where tendency to trailing with comet shaped bands were noticed.

Table 1*
R values $\pm .02$

Cations	Temp. $36 \pm 3^\circ\text{C}$			Temp. 18°C			Temp. 4°C		
	R_T	R_F	R_L	R_T	R_F	R_L	R_T	R_F	R_L
Ba ²⁺	0.083	0.12	0.15	0.095	0.12	0.14	0.077	0.11	0.14
Sr ²⁺	0.18	0.23	0.26	0.20	0.216	0.25	0.17	0.23	0.30
Ca ²⁺	0.35	0.385	0.42	0.32	0.35	0.400	0.36	0.41	0.45
Mg ²⁺	0.47	0.50	0.54	0.47	0.50	0.52	0.50	0.53	0.57
Be ²⁺	0.70	0.739	0.825	0.68	0.77	0.83	0.70	0.77	0.85

Table 2**

Cations	Temp. $36 \pm 3^\circ\text{C}$			Temp. 18°C			Temp. 4°C		
	R_T	R_F	R_L	R_T	R_F	R_L	R_T	R_F	R_L
Ba ²⁺	0.09	0.105	0.13	0.039	0.056	0.07	—	—	—
Sr ²⁺	0.19	0.21	0.23	0.10	0.117	0.14	—	—	—
Ca ²⁺	0.318	0.347	0.37	0.18	0.21	0.24	0.11	0.142	0.18
Mg ²⁺	0.41	0.43	0.45	0.27	0.30	0.32	0.19	0.22	0.24
Be ²⁺	0.64	0.693	0.731	0.53	0.60	0.64	0.50	0.52	0.61

* With solvent A.; ** With solvent B.

During a study of the effect of temperature it was observed that with the rise of temperature the distance of separation became more wide. In the case of B at a low temperature (4°C), barium and strontium overlapped with bands appearing as dumbell, but the distance between

calcium and magnesium increased. With A, at 4°C, the separation though less distinct was possible. The sequence of separation in all cases was Be-Mg-Ca-Sr-Ba, beryllium being just behind the solvent front. At a low temperature a part of barium was found to remain unmigrated and was very near to index line. Results are given in Tables 1 and 2.

Due to close relationship of alkali metals it was found difficult to effect a complete separation of all the members of the family. Separation of lithium, sodium and potassium could be effected but rubidium and caesium always accompanied potassium. Temperature had no effect. Results are given in Table 3.

Table 3*
Temperature $36 \pm 3^\circ\text{C}$; R values ± 0.02

Cations	Temp. $36 \pm 3^\circ\text{C}$		
	R_T	R_F	R_L
Li ⁻	0.25	0.31	0.37
Na ⁺	0.41	0.46	0.49
[Cs ⁺ , Rb ⁺]K ⁺	0.56	0.61	0.72

* With solvent A.

Summary

A study has been made of the separation of alkali and alkaline earth metals. With mixtures of solvents, such as ethyl cellosolve, water and hydrochloric acid and acetone, water and hydrochloric acid in the ratio of 70 : 20 : 10 and at different temperatures, a complete separation of alkaline earth metals was effected. Of the alkali metals only lithium, sodium and potassium could be separated from each other but rubidium and caesium always accompanied potassium.

References

- ¹ MAJUMDAR, A. K., and M. M. CHAKRABARTY: *Anal. chim. Acta* (Amsterdam) **17**, 415 (1957); cf. *Z. analyt. Chem.* **163**, 123 (1958). — ² MAJUMDAR, A. K., and M. M. CHAKRABARTY: *Anal. chim. Acta* (Amsterdam) **19**, 129 (1958); cf. *Z. analyt. Chem.* **164**, 433 (1958).

Prof. Dr. A. K. MAJUMDAR, Jadavpur University, College of Arts and Science, Calcutta-32 (India)

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, Apparate und Reagentien

Über die Dielektrizitätskonstante als analytische Kennzahl berichtet F. OEHME¹. Nach kurzer Erörterung der Begriffsbestimmung und der Messung von Dielektrizitätskonstanten wird insbesondere auf die Anwendung von DK-Messungen zur Kennzeichnung von Reaktionsabläufen (*Autoxydation von Terpinolöl bei Cu-* und bei *Hydrochinondimethylätherzusatz, Autoxydation von Octylaldehyd*), auf die Bedeutung funktioneller Gruppen in aliphatischen und aromatischen Verbindungen für das Ausmaß der DK-Änderungen bei Reaktionsabläufen und auf die Analyse

von Stoffgemischen eingegangen, wie z.B. auf die Bestimmung des Chlorierungsgrades von Cyclohexan und auf die Analyse ternärer flüssiger Systeme (Methanol-Isopropanol-Wasser). Auch auf die Verwendung der DK-Messung zur Analyse von *Rutil-Anatas-Gemischen*, zur *Verdunstungsanalyse azeotroper Gemische* und auf die *Bestimmung von Verteilungskoeffizienten* ist hingewiesen.

¹ Angew. Chem. **71**, 401—404 (1959). Inst. Entwickl. chem.-phys. Analysenmethoden, Weilheim, Obb. K. CRUSE

Zur coulometrischen Analyse mit kontrolliertem Potential hat L. MEITES¹ eine Vorschrift angegeben, nach der der Zeitaufwand bis zur Beendigung der Elektrolyse deutlich verkürzt werden kann. Ausgehend von der Voraussetzung, daß der Abfall der Stromstärke mit der Zeit rein exponentiell verläuft, wird abgeleitet, daß die gesamte Strommenge Q_{∞} sich aus drei Messungen zur Zeit t_1 , t_2 und t_3 berechnen läßt nach der Beziehung $Q_{\infty} = (Q_2^2 - Q_1 \cdot Q_3) / [2 Q_2 - (Q_1 + Q_3)]$. In Versuchen an einer $2,3 \cdot 10^{-4}$ m Cu-Lösung in 120 ml 1 n KCl- und 1 n HCl-Lösung bei $-0,40$ V gegen die gesätt. Kalomelektrode wird gezeigt, daß ein Fehler von $\pm 0,5\%$ nicht überschritten wird, wenn $Q_1 \geq 0,5 Q_{\infty}$ und $Q_2 - Q_1 \geq 0,2 \cdot (Q_{\infty} - Q_1)$ ist, da andernfalls Q_1 zu ungenau gemessen wird. Wird $Q_1 \geq 0,9 \cdot Q_{\infty}$ gehalten, so liegt der Fehler bei nur $\pm 0,2\%$. Zur Analyse reicht somit je nach Genauigkeitsansprüchen eine sogar bis auf die Hälfte verkürzte Elektrolysezeit aus.

¹ Analyt. Chemistry **31**, 1285—1286 (1959). Polytechn. Inst., Brooklyn, N. Y. (USA). K. CRUSE

Polarographie. Die neuen Wege der Polarographie haben M. v. STACKELBERG und H. SCHMIDT¹ in einer kurzen Übersicht zusammengestellt. Ausgehend von der Feststellung, daß die Unterdrückung der Störungen von Begleitstoffen einerseits und eine Erhöhung der Empfindlichkeit andererseits die entscheidenden Entwicklungsrichtungen darstellen, wird auf die neuesten Entwicklungen in der Gleichstrompolarographie (Tastpolarograph), bei den oscillographischen Methoden (Heyrovsky-Verfahren, Impulsmethode, Kippmethode) und in der Wechselspannungspolarographie (Tensametrie, square-wave-Polarograph) eingegangen, ein Vergleich der Leistungsfähigkeit der Methoden unternommen und das Prinzip des „Pulse-Polarograph“ als neuester Entwicklung beschrieben. Der Einfluß des Kapazitätsstroms bei den verschiedenen Methoden ist besonders anschaulich herausgestellt.

¹ Angew. Chem. **71**, 508—512 (1959). Univ. Bonn. K. CRUSE

Y. YASUMORI¹ hat die Änderung des Faraday-Stroms und des Nicht-Faraday-Stroms bei der „Square-wave“-Polarographie theoretisch diskutiert und durch Versuche mit einem Polarographen belegt, der speziell hierzu ergänzt ist. An Cd-Lösungen wird gezeigt, daß der Faraday-Strom erst in $1/400$ sec, der Nicht-Faraday-Strom bereits nach $1/2000$ sec abgeklungen ist. $2 \cdot 10^{-7}$ m Cd-Lösungen können so noch polarographisch analysiert werden.

¹ Jap. Analyst **8**, 361—366 (1959). [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. refer.). Yanagimoto Co. Ltd. K. CRUSE

Redoxokinetische Titrationen. K. S. G. DOSS, K. SUNDARARAJAN, U. H. NARAYANAN und S. VISVANATHAN¹ haben auf den theoretischen Überlegungen zum redoxokinetischen Effekt von K. S. G. DOSS und H. P. AGARWAL² aufbauend die redoxokinetische Titration von Eisen(II) mit Cer(IV) und von Jod mit Natriumthiosulfat ausgeführt und die gute Eignung dieser Methode als neue analytische Technik hervorgehoben. Bei Titration von 0,01—0,1 m Eisen(II)-ammoniumsulfatlösungen (etwa 0,05 m an Schwefelsäure) mit entsprechend konzentrierten Cer(IV)-ammoniumsulfatlösungen in 0,5 m Schwefelsäure wird bei Ablesen der 1. Ableitung

des Verlaufs des redoxokinetischen Potentials (bei einer Stromdichte von 1 mA/cm²) ein Fehler von höchstens $\pm 0,3\%$, bei der Jodtitration (20 ml 0,1 n Jodlösung in KJ-Lösung, mit 5 g Natriumhydrogencarbonat und 100 ml Wasser versetzt, werden mit 0,1 n Thiosulfatlösung titriert) von $\pm 0,4\%$ festgestellt. Ein Fehler von 0,2% wird auch bei Titration von Eisen(II) mit KMnO₄ oder Kaliumdichromat nicht überschritten³.

¹ Electrochim. Acta (London) **1**, 22–25 (1959). Central Electrochem. Res. Inst., Karaikudi (Südindien). — ² Proc. Indian Acad. Sci. A **34**, 263 (1951). — ³ Doss, K. S. G., U. H. NARAYANAN u. K. SUNDARARAJAN: im Druck. K. CRUSE

Über die Bestimmung von Leitfähigkeiten mit unkonventionellen Elektroden-systemen hat V. S. GRIFFITHS¹ berichtet. Verwendet wird hierbei die früher² bereits beschriebene Meßanordnung mit einer Doppeltransformatorbrücke mit kurzgeschlossenen Mittelanzapfungen der Sekundärwicklung des Eingangs-transformators (Erreger) und der Primärwicklung des Ausgangstransformators (Meßtransformator). Die Enden der Wicklungen sind entsprechend über die zu bestimmende bzw. über eine Vergleichsimpedanz verbunden. Die Brücke ist mit Abgleichsmöglichkeiten versehen. Die Apparatur ist für 0,1, 1,59 und 10 kHz ausgelegt und für Messungen mit gewöhnlichen Eintaachelektroden, aber auch mit sog. „elektrodenlosen“ Meßzellen verwendbar, bei denen Meßgut und Elektroden nicht in galvanischem Kontakt stehen. Die theoretisch ableitbaren Zusammenhänge werden beschrieben. Sie führen zu der besonders einfachen Anordnung, daß auch eine Kurzschlußwindung (Glasrohr) mit dem Meßgut als Füllung verwendet werden kann, auf der Erreger- und Meßspule aufgelegt sind, wie in Abb. 1 angegeben. Da Kapazitäten gemessen werden können, ist die Apparatur auch für DK-Messungen verwendbar, wenn eine entsprechend angepaßte Meßzelle verwendet wird, die ebenfalls beschrieben ist. Die elektrodenlose Meßzelle ist besonders für die Bestimmung relativ hoher Leitfähigkeiten geeignet.

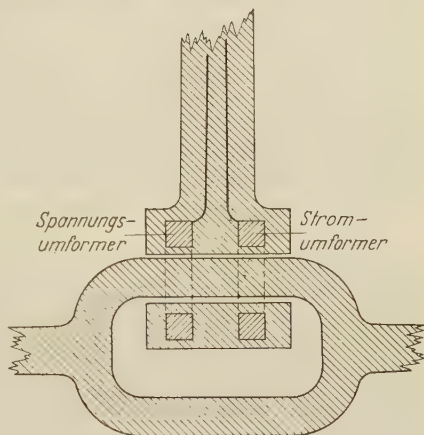


Abb. 1. Leitfähigkeitsmeßstrecke nach GRIFFITHS

¹ Talanta (London) **2**, 230–234 (1959). Battersea Coll. Technol., London (England). — ² CALVERT, R., J. A. CORNELIUS, V. S. GRIFFITHS and D. I. STOCK: J. phys. Chem. **62**, 47 (1958). — GRIFFITHS, V. S.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **18**, 174 (1958); vgl. diese Z. **164**, 431 (1958). K. CRUSE

Die gaschromatographische Analyse von verschiedenen aromatischen Lösungsmitteln beschreibt B. SMITH¹. Es werden untersucht: a) technisch reines Benzol, b) Benzol, kristallisiert, c) technisch reines Toluol und d) technisch reines Xylol. Für die Bestimmung des gesamten Gehaltes an gesättigten Komponenten (und für die Analyse von c) eignet sich *p*-Nitroanilinpikrat als stationäre Phase, das die gewünschten Substanzen in einer Zone erscheinen läßt. Werden weitere Informationen gewünscht, können die Komponenten dieser Zone kondensiert und unter Verwendung von einer 6 m langen Tetra-*n*-amylsilansäule aufgetrennt werden. Ebenso eignet

sich eine 6 m *Squalansäule*. Auf diese Weise konnten 12 Substanzen in a) und b) identifiziert werden. Für die Analyse von d) werden neben *Fluorenpikrat* vor allem $\beta\beta'$ -*Oxydipropionitril* und *p*-*Nitroanilinpikrat* als *stationäre Phasen* empfohlen. — Quantitative Analysen synthetischer Mischungen zeigen, daß die innere Normierung auf Flächen-Prozent für die Ermittlung der Gew.-Prozent genügt. Die vollständige Analyse eines technisch reinen Benzols wird angegeben. — Die Untersuchungen wurden mit einem Fraktometer 154 (Perkin-Elmer & Co.) ausgeführt. Die Herstellung der Säulen wird beschrieben.

¹ Acta chem. scand. (Kopenhagen) **13**, 877—883 (1959). Chalmers Tekniska Högskola, Göteborg (Schweden). D. JENTZSCH

Zur Bestimmung der Löslichkeitsgrenzen im ternären System Äthylacetat-Furfurol-Wasser hat E. L. HERIC¹ Messungen nach der Methode der Hochfrequenztitration mit dem Sargent-Oscillometer, Modell V, ausgeführt und an einer begrenzten Versuchsreihe die Eignung der Methode zur Beobachtung von Entmischungen in flüssiger Phase auch für solche Beispiele aufgezeigt, bei denen Trübungsmessungen oder die Bestimmung des Brechungsindex versagen. Die Messungen sind als Relativmessungen ausgeführt und werden mit Eichkurven ausgewertet. Die mit dieser Methode bestimmten Löslichkeiten in den binären Teilsystemen stehen in sehr guter Übereinstimmung mit Literaturangaben.

¹ Chemist-Analyst **48**, 31—33 (1959). Univ. Athens, Georgia (USA). K. CRUSE

Automatisches Titriergerät. G. R. WATERBURY¹ hat den automatischen Sargent-Malmstadt-Titrator so modifiziert, daß er auch zur *Untersuchung von abgeschirmten Plutoniumlösungen*, also auch als *Fernkontrollgerät* verwendet werden kann. Ergänzungen zu dem früher von H. V. MALMSTADT und E. R. FETT² beschriebenen Gerät sind vor allem eine motorgetriebene Gilmont-Bürette, ein Magnetrührer an Stelle des Motorrührers und die Umschaltung des Titrators auf Fernbedienung mit einem Mikroamperemeter als Indicator. Sämtliche Ergänzungen sind ausführlich beschrieben. Die Leistungsfähigkeit der Apparatur ist an Titrationen von Cer(IV) ($4 \cdot 10^{-5}$ val/g) und von Chrom(VI) ($2 \cdot 10^{-4}$ val/g) mit Eisen(II) ($5 \cdot 10^{-4}$ val/g) belegt: In 31—45 g Cerlösung bzw. rund 10 g Chromlösung als Vorlage wird eine mittlere Abweichung von weniger als 0,01% festgestellt. Wird Eisen(II)-Lösung mit Cerlösung titriert, so liegt der mittlere Fehler bei 0,5%.

¹ Analyt. Chemistry **31**, 1138—1141 (1959). Univ. Los Alamos, N. M. (USA). —

² Analyt. Chemistry **26**, 1348 (1945); vgl. diese Z. **147**, 35 (1955). K. CRUSE

Hochfrequenz-Titriergerät. R. MORPAIN und S. COURTECUISSE¹ beschreiben die *Konstruktion eines Hochfrequenztitrimeters für kapazitive Meßzellen*, welches bei 3 MHz arbeitet und bei dem der Einfluß von Impedanzänderungen in dem anodisch gekoppelten Schwingkreis nach Verstärkung an einem Röhrenvoltmeter abgelesen werden kann. Die Verwendung des Titrimeters wird an acidimetrischen Titrationen, an der Titration von Chlorid mit Silbernitrat und von Sulfat mit Bariumchlorid, sämtlich im Konzentrationsbereich 0,001—0,1 n, erprobt. Auf die Titration von Kaliumacetat (0,05 n) oder von Kaliumphthalat (0,01 n) in Essigsäure und mit Überchlorsäure ist hingewiesen.

¹ Chim. analytique **41**, 290—295 (1959). Inst. Nat. Rech. Chim. Appl., Paris (Frankreich). K. CRUSE

II. Analyse anorganischer Stoffe

Kalium. K. J. KARRMAN, E. BLADH und P.-O. GEDDA¹ beschreiben ein *Verfahren zur Bestimmung von Ultramikromengen Kalium*, bei dem dieses mit Natriumtetraphenylborat gefällt und der Überschuß an Fällungsreagens durch turbidimetrische Titration mit Cetyltrimethylammoniumbromid² festgestellt wird. Nach jedem Zusatz der Maßlösung wird die Lichtabsorption in einem Spektrophotometer (Beckman) bei der Wellenlänge von 570 nm (die sich als optimal erwiesen hat) abgelesen. Man erhält eine S-förmige Titrationskurve, aus der der Äquivalenzpunkt genau entnommen werden kann. Es lassen sich weniger als 10 µg K auf 1–2% genau bestimmen. — *Ausführung der Kaliumbestimmung im Blutserum.* 0,2 ml Serum werden mit 0,2 ml 20%iger Trichloressigsäurelösung versetzt und zentrifugiert. Man fügt nun 0,1 ml 20%ige Natriumacetatlösung und 0,1 ml Natriumtetraphenylboratlösung (siehe unten) zu 0,2 ml der klaren Lösung, läßt 20 min stehen, entnimmt 0,2 ml mit einer Pipette, versetzt im Becherglas mit 10 ml Wasser und titriert aus einer Mikrobürette in 0,01-ml-Anteilen mit Cetyltrimethylammoniumbromidlösung (1,5 g in 100 ml Wasser, vor Gebrauch 20fach verdünnt) bei 570 nm. — *Herstellung der Natriumtetraphenylboratlösung.* 0,25 g Natriumtetraphenylborat werden in 40 ml Wasser gelöst und mit 1 g Aluminiumoxyd versetzt. Die Lösung wird 10 min lang geschüttelt, am folgenden Tag durch eine G-4-Glasfritte filtriert, mit 0,1 ml 20%iger Natronlauge versetzt und mit Wasser auf 50 ml aufgefüllt.

¹ Mikrochim. Acta (Wien) **1959**, 779–785. Univ. Lund (Schweden). —

² SCHALL, E. D.: Analyt. Chemistry **29**, 1044 (1957); vgl. diese Z. **161**, 434 (1958).

KLAUS BRODERSEN

Zur indirekten radiometrischen Bestimmung von Kalium, Rubidium und Cäsium verwenden J. HAVÍŘ und M. KRIVÁNEK¹ die Fällung mit *Natriumtetraphenylborat* und anschließende Umsetzung mit ¹¹⁰Ag-Silbernitrat in 33%iger acetonischer Lösung. Der Gehalt an ¹¹⁰Ag im Filtrat läßt dann Rückschlüsse auf den Anteil an zu bestimmendem Alkalimetall in der Probe zu. — *Ausführung.* Die Probelösung, die 5–15 mg zu bestimmendes Alkalichlorid oder -sulfat enthalten soll, wird mit Salpetersäure auf p_H 4–5 angesäuert und bei 60° C tropfenweise mit überschüssiger 20%iger Natriumtetraphenylboratlösung versetzt. Nach dem Abkühlen filtriert man durch einen A₁-Filtriertiegel, wäscht mit der gesätt. Lösung des entsprechenden Tetraphenylborates und anschließend mit wenig Wasser, löst die Fällung in 33 ml Aceton, versetzt diese Lösung im 100 ml-Meßkolben mit 3–5 ml 0,1 n Silbernitratlösung bekannten ¹¹⁰Ag-Gehaltes, füllt mit Wasser fast und nach 5 min ganz bis zur Marke auf, filtriert das Silbertetraphenylborat ab und verwirft die ersten Anteile des Filtrates. Weitere 10 ml Filtrat werden unter definierten geometrischen Bedingungen auf die ¹¹⁰Ag-Aktivität mit einem Geiger-Müller-Zählrohr vermessen. Die Genauigkeit beträgt etwa 1%.

¹ Collect. czechoslov. chem. Commun. **24**, 3183–3185 (1959). Militärtechn. Akad. Brno (Brünn) (ČSR).

KLAUS BRODERSEN

Über eine amperometrische Titrationsmethode von Mikrogramm-Mengen an Kupfer berichten A. K. ŽDANOV, V. A. CHADEEV und T. B. ŠAMACHMUDOVA¹, die zur Bestimmung sowohl alkoholische als auch wäßrige Lösungen von Rubeanwasserstoffsäure verwenden. Die Titer dieser Lösungen werden ebenfalls amperometrisch mit Standardlösungen bestimmt, welche elektrogravimetrisch kontrolliert werden. Als Grundelektrolyt dient Natriumacetat (0,15 M); die von außen angelegte Spannung beträgt 0,1 Volt. Obwohl schon 30 sec nach jeder Reagenszugabe ein stationärer Zustand im System erreicht wird, eignet sich die so erhaltene Titrationskurve nicht zur Bestimmung des Endpunktes als Schnitt der abfallenden und ansteigenden Kurventeile. Deshalb wird der Endpunkt empirisch als Schnitt

des abfallenden Kurventeiles mit der Abszisse festgelegt. Die durch den Reststrom und langsame Gleichgewichtseinstellung verursachte Rundung im Minimum der Kurve kann durch Zusatz von 10–40% Äthanol zur Analysenlösung vermindert werden. Die Empfindlichkeit kann man durch Verwendung von rotierenden Mikroplatinelektroden anstatt Quecksilbertropfelektroden beträchtlich erhöhen. Die Kupferbestimmung wird durch Anwesenheit von Mg^{2+} , Ca , Sr , Ba , Zn , Mn , Al , Pb und Cd auch bei 100fachem Überschuß (durch Cr bei 10fachem Überschuß) nicht gestört. Dasselbe gilt für SO_4^{2-} , NO_3^- und Cl^- . Größere Mengen an Ni , Co und Fe^{3+} (mehr als 3facher Überschuß) erhöhen die Analysenwerte. Größere Wismutmengen müssen vor der Titration durch Acetatüberschuß gefällt (jedoch nicht abfiltriert) werden. Das Verfahren kann zur *Cu-Bestimmung in Duraluminium* ohne vorherige Trennung von den Begleitmetallen dienen. Bei der *Bestimmung im Stahl* erfolgt zweckmäßig zunächst eine Abtrennung des Kupfers durch innere Elektrolyse.

¹ Zavodskaja Laborat. 25, 1036–1039 (1959) [Russisch]. Mittelasiatische Staatsuniv. „V. I. Lenin“. O. GAUTSCH

Die Verwendung von Natrium-pyrrolidindithiocarbaminat für die photometrische Bestimmung von Kupfer, Wismut, Antimon und Zinn untersuchen E. KOVÁCS und H. GUYER¹. Die einzelnen Erfassungsbereiche liegen für Bi bei 365 nm zwischen 0 und 300 μg in $CHCl_3$ und CCl_4 , für Cu bei 440 nm zwischen 0 und 60 μg in $CHCl_3$ und CCl_4 , für Sb bei 365 nm zwischen 0 und 400 μg in $CHCl_3$ und für Sn bei 390 nm zwischen 0 und 600 μg in $CHCl_3$. Die Reproduzierbarkeit der Messung liegt je nach Gehalt zwischen ± 5 –10%. Wismutgehalte von weniger als 0,001% wurden in Gußeisen nach einer Extraktion der Hauptmenge des Eisens mit Isobutylmethylketon auf diese Weise bestimmt. Antimon und Zinn wurden aus perchlorsaurer Lösung nach Anreicherung mit einer Mangandioxyd-Fällung in der gleichen Größenordnung bestimmt. Genaue Arbeitsvorschriften sollen später veröffentlicht werden.

¹ Chemia (Aarau) 13, 164–165 (1959). Georg Fischer AG., Schaffhausen. H. POHL

Gold. 2–16 mg Gold/l lassen sich nach B. SEN¹ spektralphotometrisch mit *Phenyl- α -Pyridyl-Ketoxim* bestimmen, das auch zur Palladiumbestimmung² verwendet wird. Gold(III)-ionen bilden mit dem Reagens eine wasserunlösliche Verbindung, die sich in Chloroform löst. Bei 450 nm besitzt die Lösung der Verbindung ein Absorptionsmaximum. Der Verf. konnte nicht entscheiden, ob 2 oder 3 Mole des Reagens mit 1 Mol Gold reagieren. Es stören nicht: Erdalkalien, Ag^+ , NH_4^+ , Cd^{2+} , Pb^{2+} , Mn^{2+} , VO^{2+} , Al^{3+} , Bi^{3+} , Fe^{3+} , Ru^{4+} , Rh^{3+} , Os^{4+} , Ir^{4+} und Pt^{4+} . Durch Zusatz von 0,1 m ÄDTA-Lösung lassen sich die Störungen von Cr^{2+} , Co^{2+} und Ni^{2+} beseitigen. Durch den ÄDTA-Zusatz wird die Lichtabsorption des Goldkomplexes allerdings um etwa 5% verringert. Es stören: Hg^{2+} , Fe^{2+} , CN^- , Br^- , J^- , Oxalat, Citrat und Tartrat. Noch 1 μg Gold(III)/ml lassen sich mit dem Reagens nachweisen. — *Ausführung.* Man versetzt die Probelösung mit 2 ml 1%iger Reagenslösung in 95%igem Alkohol, verdünnt auf 5 ml, stellt den pH-Wert mit Natriumhydrogencarbonatlösung auf 3,5–4,5 ein, extrahiert 3 mal mit je 5 ml Chloroform, füllt die Chloroformextrakte mit Chloroform auf 25 ml auf und photometriert bei 450 nm gegen eine gleichbehandelte goldfreie Lösung.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) 21, 35–40 (1959). State Univ., Baton Rouge, La. (USA). — ² SEN, B.: Chem. and Ind. 1958, 562; Analyt. Chemistry 30, 881 (1959); vgl. diese Z. 173, 261 (1960). KLAUS BRODERSEN

Erdalkalimetalle. Die Barium-, Strontium-Calciumtrennung mit Hilfe von ÄDTA hat L. I. AFANASEVA¹ unter Verwendung von radioaktiven Indikatoren (⁹⁰Sr, ⁴⁵Ca) überprüft. Verf. bestätigt die Angabe von H. BALLCZO und G. DOPPLER², daß die

Ba-Sr-Trennung durch Doppelfällung als BaSO_4 bei pH 8 quantitativ ist. Nur 0,5% des vorhandenen Strontiums werden mitgefällt. Entgegen der Meinung von BALLCZO und DOPPLER kann aber nach AFANASEVA¹ Strontium bei $\text{pH} \sim 5$ aus ÄDTA-haltigen Lösungen als Sulfat gefällt und so von Calcium getrennt werden. — *Arbeitsweise.* Zur Probelösung gibt man einen Überschuß von 10%iger ÄDTA-Lösung, neutralisiert mit Ammoniak bis zur schwachen Gelbfärbung von Methylrot und versetzt mit 2 ml 10%iger Ammoniumsulfatlösung. Man erwärmt auf dem Wasserbad und säuert vorsichtig mit verd. Salzsäure bis zur Rosafärbung an. Den Niederschlag zentrifugiert man 2 Std nach der Fällung und wäscht zweimal mit je 2 ml Waschlösung (100 ml Wasser, 1 g Ammoniumsulfat, 1 g ÄDTA, gegen Methylrot schwach sauer). Es werden maximal 1,2% des Ca in der Lösung mitgerissen, was sich aber bei wenig Sr neben viel Ca auf die Ergebnisse auswirkt. In diesem Fall muß der SrSO_4 -Niederschlag umgefällt werden.

¹ Ž. anal. Chim. **14**, 294—297 (1959) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Lab. f. Geologie d. Präcambriums, Akad. Wiss. UdSSR, Leningrad. — ² Diese Z. **152**, 321 (1956).
H. NIESWAND

Barium läßt sich nach H. E. ZITTEL, F. J. MILLER und P. F. THOMASON¹ amperometrisch gut an der Tropfelektrode in Tetraäthylammoniumbromidlösung bei Titration mit Lithiumsulfatlösung bestimmen. — *Arbeitsvorschrift.* 0,5 ml Bariumchloridlösung ($2,5 \cdot 10^{-2}$ m) werden mit 5 ml 0,1 m Tetraäthylammoniumbromidlösung in Äthanol und 4,5 ml Wasser vermischt, mit Stickstoff durchperlt und bei $-2,0$ V gegen die gesätt. Kalomelektrode (Tropfelektrode: $t = 2,5$ sec) mit $8,8 \cdot 10^{-2}$ m Lithiumsulfatlösung in kleinen Anteilen von 0,01—0,03 ml titriert. Nach jeder Zugabe wird kräftig mit Stickstoff gerührt und nach 2 min (ohne Rühren, aber unter Stickstoff) abgelesen. Mengen von $5 \cdot 10^{-5}$ bis $2,5 \cdot 10^{-3}$ Mol werden mit üblicher Genauigkeit erfaßt. Wird der pH -Wert der Lösung über 4 gehalten, so sind auch größere Gehalte an NaF, NaCl, KCl, AlCl_3 , CaCl_2 und SrCl_2 ohne Einfluß auf das Ergebnis. Nitrat darf nicht enthalten sein. Blei wird quantitativ mit erfaßt und muß gegebenenfalls zusätzlich nach I. M. KOLTHOFF und Y. D. PAN² mit Chromat bestimmt werden (in Perchlorsäure neben Barium bestimmbar). Ist Beryllium zugegen, so muß mit Kalilauge auf den pH -Wert von etwa 6 (Bromthymolblau) eingestellt werden.

¹ Analyt. Chemistry **31**, 1351—1353 (1959). Nat. Lab. Oak Ridge, Tenn. (USA). — ² J. Amer. chem. Soc. **61**, 3402 (1939).
K. CRUSE

Bariumsulfat löst sich in natronalkalischer ÄDTA-Lösung, berichtet A. G. C. MORRIS¹. So können die Analysenmethoden zur *Barium- oder Sulfatbestimmung* nach BELCHER und Mitarb.² und nach RUMLER und Mitarb.³ verbessert werden, wenn an Stelle des Ammoniaks² oder Triäthanolamins³ Natronlauge zugesetzt wird. — *Arbeitsweise.* 300—500 mg BaSO_4 , das frisch gefällt sein muß, werden dazu in 200 ml Wasser, 44 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung und 5 ml 0,5 m Natronlauge innerhalb von 10 min aufgelöst. Bei Zusatz von 88 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung werden nur 2 ml 0,5 m Natronlauge benötigt, um die Fällung innerhalb von 10 min aufzulösen; bei Zusatz von 88 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung und 5 ml 0,1 m Natronlauge werden zur Auflösung nur 5 min benötigt. Es ist nötig, die Gefäße vorher mit stark alkalischer ÄDTA-Lösung auszukochen, um Analysenfehler durch Herauslösen von Metallionen aus dem Glas zu vermeiden.

¹ Chemist-Analyst **48**, 76 u. 84 (1959). Cato Ridge, Pietermaritzburg, Natal (Südafrika). — ² BELCHER, R., D. GIBBONS u. T. S. WEST: Chem. and Ind. **1954**, 127; vgl. diese Z. **143**, 210 (1954). — ³ RUMLER, F., R. HERBOLSHEIMER u. G. WOLF: diese Z. **166**, 23 (1959).
KLAUS BRODERSEN

Zur Bariumabtrennung von Strontium und Blei fällt F. H. FIRSCHING¹ aus homogener Lösung nach einer neuen Methode. Die mit ÄDTA als Komplexbildner versetzte Lösung wird tropfenweise mit Magnesiumionen enthaltender Lösung versetzt, wobei der Magnesium-ÄDTA-Komplex gebildet und Bariumionen freigesetzt werden, die mit vorhandenen Chromationen unlösliches Bariumchromat bilden. Aus einer Lösung, die gleiche molare Mengen an Barium- und Strontiumionen enthalten, werden nach Angaben des Verf. 99,7% des Bariums und nur 0,6% des Strontiums als Chromat gefällt. Die erhaltenen Kristalle sind gut abfiltrierbar. — *Ausführung.* Zur Probelösung (etwa 0,5 mMol/200 ml Wasser) fügt man einen Überschuß an 0,1 m ÄDTA-Lösung, macht ammoniakalisch, setzt etwa 1 mMol Kaliumchromat zu, stellt mit Ammoniak auf p_H 10 ein, verdünnt auf 400 ml, erhitzt auf 90–95° C und setzt unter Rühren 0,02 m Magnesiumchloridlösung (1 Tr. in 4–6 sec) zu, bis mehr als 0,6 mMol in die Lösung gelangt sind. Hierfür wird etwa 1 Std benötigt. Man filtriert, wäscht mit eben ammoniakalischer 0,001 m Kaliumchromatlösung und anschließend mit Wasser, trocknet 2 Std bei 110° bis 120° C und wägt.

¹ Talanta (London) 2, 326–331 (1959). Univ. Athens, Georgia (USA).

KLAUS BRODERSEN

Die indirekte Titration von Zink mit Methylrot als Adsorptionsindicator beschreiben T. NASU und R. KUMAGAI¹. — *Ausführung.* Die Zink enthaltende Probelösung wird mit Ammoniak oder Alkali bis zur schwach sauren Reaktion neutralisiert, auf 70° C erwärmt und mit einem Überschuß 0,1 m Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung versetzt. Nach Zugabe von einigen Tropfen 0,1% iger alkoholischer Methylrotindikatorlösung titriert man mit 0,15 m Zinkchloridlösung zurück. Die Farbe schlägt scharf von Gelblichweiß nach Blau um.

¹ Jap. Analyst 8, 306–311 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Tohoku Univ., Sendai (Japan).

MARGOT ZIMMERMANN

Für die Schnellbestimmung von Aluminium und Fluorid nebeneinander empfehlen K. MUKAI und K. GOTO¹ folgende *Arbeitsweise*: Die Probe mit 5–15 mg Al^{3+} und 0–400 mg F^- wird mit Wasser auf 150 ml verdünnt, mit 10 ml 5% iger essigsaurer Oxinlösung versetzt und mit Natronlauge auf p_H 12 gebracht. Man fügt Essigsäure hinzu bis p_H 10 erreicht ist und erhitzt auf 70° C. Der Niederschlag wird abfiltriert, nachgewaschen und zur Bestimmung von Aluminium getrocknet. Das Filtrat wird auf ein bekanntes Volumen aufgefüllt. Einen Anteil mit etwa 10 mg F^- bringt man auf p_H 5–9 und extrahiert den Überschuß an Oxin mit Chloroform. Dann wird die Lösung auf 150 ml verdünnt, auf p_H 3 eingestellt und wie üblich mit Thoriumnitrat titriert.

¹ Jap. Analyst 8, 523–526 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Nippon Light Metal Comp. Ltd. (Japan).

MARGOT ZIMMERMANN

Scandium. Verbindungen, die die o-Hydroxychinongruppe enthalten, geben Farbreaktionen mit Scandium. Wie E. A. BIRJUK und V. A. NAZARENKO¹ berichten, reagieren die Derivate von 2,3,7-Trihydroxy-6-fluoron am empfindlichsten. Mit 9-Propyl-2,3,7-trihydroxy-6-fluoron kann Scandium noch in einer Verdünnung von $1:5 \cdot 10^7$ nachgewiesen werden, es bildet mit dem Reagens einen Komplex im Molverhältnis 1:1. Photometrisch können 0,04–2 μg Sc/ml bestimmt werden. Das Beersche Gesetz ist erfüllt. — *Arbeitsweise.* Die schwach saure Probelösung (0,04 bis 0,4 μg Sc/ml, nicht mehr als 0,005 n an Säure) versetzt man mit 0,5 ml 1% iger Gelatinelösung und 5 ml 0,003% iger alkoholischer Propylfluoronlösung. Dann füllt man mit Pufferlösung p_H 5,6 auf 25 ml auf, läßt 10 min stehen und photometriert

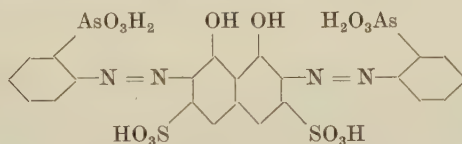
bei 530 nm in einer 20 mm-Küvette. Bei Sc-Konzentrationen von 0,4–2 $\mu\text{g/ml}$ nimmt man 2 ml 0,03%iger Reagenslösung und colorimetriert in einer 5 oder 10 mm-Küvette. Störende Elemente (je 5 μg Al, Y, La, Ce, Th u. a.) können mit 0,1 ml Acetylaceton maskiert werden.

¹ Ž. anal. Chim. **14**, 298–302 (1959) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. allg. anorg. Chem., Akad. Wiss. Ukr.SSR, Lab. Odessa. H. NIESWAND

Die flammenphotometrische Bestimmung von Seltenen Erden beschreiben N. S. POLUEKTOV und M. P. NIKONOVA¹. Dazu wird auf der Grundlage eines Monochromators UM-2 ein elektronisches, selbstschreibendes Flammenphotometer konstruiert (Abbildung im Original). Es ermöglicht die Bestimmung von Lanthaniden und Yttrium in einer Acetylen-Luftflamme, speziell die Bestimmung von Lanthan, Europium, Yttrium und Ytterbium in Seltenen Erden. Die Zugabe von Ammoniumchlorid erhöht die Ausstrahlungsintensität der Seltenen Erden. Die Empfindlichkeit der Methode beträgt 0,1–0,2% für La_2O_3 , 0,03% für Eu_2O_3 , 0,003% für Yb_2O_3 und 0,03% für Y_2O_3 , bei einer Genauigkeit von ± 3 –7%. Eine Bestimmung dauert etwa 10 min. — *Arbeitsweise*. Zur Bestimmung von La, Eu, Yb und Y in der Summe der Seltenen Erden benötigt man Standardlösungen der entsprechenden Chloride mit Gehalten von 250 $\mu\text{g/ml}$. Dazu löst man 50 mg Oxyd in Salzsäure, dampft auf dem Wasserbad zur Sirupdicke ein, nimmt mit Wasser auf und füllt auf 200 ml auf. — 250–1000 mg der zu untersuchenden Erden führt man ebenfalls in die Chloride über und füllt auf 25 ml auf. 1 ml dieser Lösung enthält 10–40 mg Oxyd. Zur Photometrie nimmt man 10 ml Lösung mit der Konzentration 0,5–20 mg Seltene Erdoxyde in Milliliter und die gleiche Lösung mit Zugabe von 10–100 μg der zu untersuchenden Elemente. Jede Lösung soll außerdem noch 2%ig an NH_4Cl sein. Dann nimmt man die Flammenspektren auf und wertet sie wie üblich aus. Die Messungen erfolgen bei den Wellenlängen: 794 (La), 459,4 (Eu), 461,5; 489,2 (Gd), 526, 575 (Disprosium), 560; 513 (Holmium), 498 (Erbium), 398,8 (Yb), 597; 613–616 (Y).

¹ Ukrain. chim. Ž. **25**, 217–225 (1959) [Russisch]. Inst. allg. anorg. Chem. Akad. Wiss. Ukr.SSR, Lab. Odessa. H. NIESWAND

Die photometrische Bestimmung von Thorium und Uran mit Arsenazo III beschreibt S. B. SAVVIN¹. Das mit Arsenazo III bezeichnete Reagens für Th, UIV, UVI, Be und Pb und andere besitzt die Struktur



Mit dem Reagens können noch 0,01–0,02 μg U oder Th je Milliliter bestimmt werden. Die optimalen Wellenlängen zur Farbmessung sind 655 nm für Th und 660–690 nm für U. Praktisch wird bei 665 nm gemessen. — Zur *Herstellung von Arsenazo III* diazotiert man eine gekühlte Lösung von 1,7 g (0,0078 m) o-Aminophenylarsonsäure in 20 ml Wasser und 2,5 ml konz. Salzsäure mit 1,6–1,7 ml 5 m Natriumnitritlösung und gießt unter gutem Rühren in eine gekühlte Lösung von 1,0 g (0,0031 m) Chromotropsäure und 2,0 g CaO in 20 ml Wasser. Nach 24stündigem Stehen wird das Calcium als Hydroxyd durch Zusatz von NaOH abgeschieden. Das Filtrat wird bis zur Reaktion mit Kongorotpapier angesäuert und das ausgefallene Arsenazo III abfiltriert und dann 3–4mal umkristallisiert (durch Auflösen in Wasser und Zusatz von NaCl). — Zur *Bestimmung von Thorium* soll die

Lösung in einem Gesamtvolumen von 25 ml 0,2–0,4 mg Arsenazo III, 8 ml konz. HCl, 0,4–0,7 g Oxalsäure und 5–50 μg Th enthalten. Photometriert wird bei 665 nm. Sulfate und eine 3000–5000fache Menge Phosphate stören die Bestimmung nicht. Die 30–50fache Menge Zr und die 2–5fache Menge Ti werden durch die Oxalsäure maskiert. — Uran wird am günstigsten bei pH 3 bestimmt, das Verhältnis $\text{UO}_2^{2+}:\text{H}_3\text{PO}_4$ darf 1:4000–6000 nicht überschreiten. Vor der Bestimmung von U^{VI} müssen Th, Zr, V, Al, Cr und Seltene Erden entfernt werden, in 0,05 n HCl oder in Gegenwart von Sulfosalicylsäure stört Aluminium nicht.

¹ Dokl. Akad. Nauk SSSR 127, 1231–1234 (1959) [Russisch]. Vernadski-Inst. anorg. anal. Chem., Akad. Wiss. UdSSR. LYDIA KILLER

Uran. Die *thermometrische Titration von Uran(IV) mit Kaliumdichromat* untersuchten F. J. MILLER und P. F. THOMASON¹. Bei der potentiometrischen Titration von Uran(IV) mit Kaliumdichromat und Platinbezugselektroden macht die Gegenwart von Chromionen die dauernde Reinigung der Edelmetallelektrode und bei längerem Gebrauch ihr Auswechseln erforderlich, eine Störung, die bei der thermometrischen Methode entfällt. Verff. empfehlen deshalb folgende *Arbeitsweise*: 5 ml 1,0 n Schwefelsäure werden in einen 10 ml-Polyäthylenbecher pipettiert. Dann wird die Testlösung zugefügt, wobei ein Volumen von 6 ml nicht überschritten werden soll. Der Becher wird in ein 250 ml-Dewargefäß gestellt und mittels eines spiralförmigen Rührers aus flachem Pyrexglas mit gleichmäßiger Geschwindigkeit gerührt. Aus einer automatischen 1 ml-Mikrobürette fließt gleichmäßig 1,0 n Kaliumdichromatlösung zu. Als temperaturempfindliches Element taucht ein Thermistor, der als Teil einer Wheatstone-Brücke geschaltet ist, in die Lösung ein. Das Potential der Brückenverstimmung wird auf ein Schreibgerät gegeben. Start und Endpunkt der Titration werden graphisch aus der Titrationskurve ermittelt, ihr Abstand ist ein Maß für das zugeflossene Volumen Titrierflüssigkeit. Die Titration wird durch Zr^{IV} , Al^{III} , Cl^- , SO_4^{2-} und F^- nicht gestört; F^- wird durch Zusatz von genügend Al^{3+} komplex gebunden. Der relative Fehler ist $\pm 1\%$ für Uranmengen von etwa 5 mg. Die Titration ist nach weniger als 15 min beendet.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) 21, 112–116 (1959). Oak Ridge, Nat. Lab. Tenn. (USA). H. HAUG

Nach Versuchen von M. SHINAGAWA, T. MURATA und H. OKASHITA¹ wird die *polarographische Bestimmung von Uran* neben Begleitelementen sehr vereinfacht, wenn eine Abtrennung mittels Amberlite IRA-400 vorgeschaltet wird. Uranylionen lassen sich dann erfolgreich von Ti^{IV} , Ni-, Fe^{III} -, Cu^{II} -, Sn^{IV} -, Bi-, Sb-, Cr-, Co-, Cd-, Arsenit-, Permanganat- und Vanadationen trennen. Als Eluiermittel kann Perchlorsäure, 1 n Salzsäure oder Grundlösung verwendet werden, doch werden bei Gegenwart eines großen Fe-Überschusses (25–270fach) mit Perchlorsäure die besten Ergebnisse erhalten. Enthält die Probe Molybdat, so ist eine Maskierung durch Hydroxylamin-dihydrosulfat ($3\text{--}5 \cdot 10^{-4}$ m) erforderlich (Uranylkonzentration $0,2\text{--}1 \cdot 10^{-4}$ m) und Eluieren mit Perchlorsäure. Die Befunde an *Uranerz* vom Ningyo-Paß stehen in guter Übereinstimmung mit colorimetrischen Analysen.

¹ Jap. Analyst 8, 356–361 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Univ. Hiroshima (Japan). K. CRUSE

Zur *photometrischen Bestimmung von Cyanid* beschreiben O. A. OHLWEILER und J. O. MEDITSCH¹ ein indirektes Verfahren, bei dem man die CN^- -Ionen als HCN in einer Diffusionsapparatur nach CONWAY in eine eingestellte HgCl_2 -Lösung diffundieren läßt und den Hg-Überschuß photometrisch mit Diphenylcarbazon

ermittelt. Es können $0,30\text{--}3,50\text{ }\mu\text{g CN}^-/5\text{ ml}$ bestimmt werden. — *Arbeitsweise.* In die innere Kammer der Diffusionsapparatur bringt man 5 ml Pufferlösung $\text{pH } 4,00$ ($800\text{ ml } 0,2\text{ m}$ Essigsäure + $200\text{ ml } 0,2\text{ m}$ Natriumacetatlösung), die $3,00\text{ }\mu\text{g Hg}^{2+}/\text{ml}$ in Form von HgCl_2 enthält, und in die äußere Kammer 5 ml der Probelösung, die $0,3\text{--}3,5\text{ }\mu\text{g CN}^-$ enthalten soll. Dann schließt man die Apparatur und bringt mit einer Pipette 1 ml gesätt. Weinsäurelösung in die äußere Kammer. Die Diffusion dauert bei 20° C etwa 4 Std. Danach bringt man in die innere Kammer $0,1\text{ ml } 1\%$ ige alkoholische Diphenylcarbazonlösung und mißt nach 5 min bei 550 nm . Durch die vorangehende Mikrodifffusion wird der Einfluß der meisten Fremdsalze ausgeschaltet. Sulfidionen müssen vorher mit Cadmiumnitratlösung abgetrennt werden.

¹ *Ž. anal. Chim.* **14**, 303—305 (1959) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Ingenieur-inst. Porto Allegre (Brasilien).
H. NIESWAND

Die Polarographie von Blei in Hydroxyd- und in Cyanidlösung. J.W. OLVER und D. N. HUME¹ haben eine neue Bestimmung des Halbstufenpotentials von Blei bei der polarographischen Bestimmung in Natriumhydroxydösungen verschiedener Konzentration, aber konstanter Ionenstärke (Zusatz von NaClO_4) ausgeführt und die Ergebnisse analogen Messungen in cyanidhaltigen Lösungen gegenübergestellt. Gemessen wird ohne Überführung gegen eine Quecksilberoxydelektrode, deren Bezugspotential in NaOH-NaClO_4 -Lösungen (Ionenstärke 2,0, NaOH -Konzentration zwischen 0,01 und 2,0) gegen eine gesättigte Kalomelektrode bestimmt wird. Zu diesen Lösungen, die als Grundleistung dienen, wird Bleinitrat ($5 \cdot 10^{-4}\text{ m}$) zugesetzt und polarographiert ($m^{2/3} t^{1/3} = 1,59$ bei $-0,7\text{ V}$ in 1 n NaOH -Lösung gegen die gesättigte Kalomelektrode). Die Ergebnisse beweisen, daß das Blei in über $0,01\text{ m}$ NaOH -Lösungen als Biplumbit vorliegt mit $E_{1/2} = -0,744\text{ V}$ in 1 n Natronlauge der Ionenstärke 2,0. — Aus den analogen Versuchen mit einem Cyanidgehalt von 10^{-3} bis $2,0\text{ m}$ (NaOH -Gehalt von $0\text{--}0,1\text{ m}$) geht hervor, daß selbst bei dem kleinsten für reversible Stufen noch zulässigen NaOH -Gehalt von $0,01\text{ m}$ und mit besonders dünner Glasfritte gegen die Quecksilberoxydelektrode ($R_i = 200\text{ Ohm}$) aus dem Polarogramm keinerlei Anzeichen der Bildung eines Cyanidkomplexes ableitbar sind, daß vielmehr auch in diesen Lösungen das Blei als Biplumbit vorliegt. Die *Quecksilber/Quecksilberoxydelektrode* wird als Bezugselektrode in der Polarographie empfohlen.

¹ *Anal. chim. Acta* (Amsterdam) **20**, 559—565 (1959). Inst. of Technology, Cambridge, Mass. (USA).
K. CRUSE

Die photolorimetrische Bestimmung von Titan als Phosphormolybdatotitan-komplex beschreibt R. M. VEJCMAN¹. Die Bildung des gelben Komplexes erfolgt in saurer, citrathaltiger Lösung und wird durch Borsäure begünstigt. Der Komplex wird mit Zinn(II)-chlorid reduziert und die blaue Lösung colorimetriert. Vom Phosphormolybdatokomplex wird dadurch unterschieden, daß dieser in stark saurer Lösung schneller zerstört wird. Die Methode wird zur Ti-Bestimmung in *Hartmetallen* und *Carbiden* verwendet. Co stört nicht, der Einfluß von W wird durch Phosphatüberschuß beseitigt. — *Arbeitsweise.* 1. *Bestimmung in reinen Ti-Salzlösungen.* 20 ml der schwefelsauren (1:4) Lösung mit einem Ti-Gehalt von 1 bis 20 mg versetzt man mit $10\text{ ml } 5\%$ iger Ammoniumphosphatlösung, $20\text{ ml } 5\%$ iger Kaliumcitratlösung und 2 g fester Borsäure. Man neutralisiert gegen Kongopapier mit 25% igem Ammoniak und gibt 5 ml im Überschuß dazu. Die Lösung füllt man auf 200 ml auf. 20 ml dieser Lösung neutralisiert man vorsichtig mit 1:4 verd. Schwefelsäure, versetzt mit $3\text{ ml } 10\%$ iger Ammoniummolybdatlösung und füllt auf 100 ml auf. Nach 10 min nimmt man 20 ml der gelben Lösung ab, gibt $\sim 0,1\text{ g}$

Salzsäure(II). Auf Grund der ermittelten Verteilungskoeffizienten erweist sich eine Mischung von 0,01 m I mit 2 m II für schnelle Elution bei 25° C und eine solche von 0,5 m I mit 1 m II für langsame Elution bei 45° C als brauchbar. Die erste Mischung entfernt zuerst das Tantal, dann das Niob, während mit der 2. Mischung die Reihenfolge umgekehrt ist. Dies ist von besonderer Wichtigkeit bei der Bestimmung von Spuren Tantal in Niob und umgekehrt. Das langsame Eluiermittel ist bei relativ großen Substanzmengen (10–30 mg) brauchbar, während beim schnellen Mittel die Elution des Tantals nur bei sehr geringen Mengen dieses Metalles (0,04 mg) quantitativ ist. Niob in Mengen zwischen 0,5 und 9 mg wird praktisch richtig erfaßt. Als bester Anionenaustauscher dient Dowex 1-X8 (100–200 mesh), der durch das betreffende Eluiermittel vorbereitet wird. Die heizbare Säule enthält für das schnelle Mittel eine Austauscherschicht von 40 cm Höhe und 0,185 cm $\varnothing$, für das langsame Mittel eine solche von 7,5 cm Höhe und 0,255 cm $\varnothing$. Die Durchlaufgeschwindigkeit beträgt 0,2 ml/min. Elutionskurven im Original zeigen die quantitative Trennung der beiden Metalle. Besondere Angaben für analytisches Arbeiten werden nicht gemacht.

¹ Talanta (London) 2, 332–340 (1959). Univ. Gent (Belgien). R. KLEMENT

Selen. Eine schnelle Bestimmung kleiner Mengen Selen gelingt T. KIBA, I. AKAZA und H. HACHINO¹ dadurch, daß sie analog zur Schwefelbestimmung² die Probe mit starker Zinn(II)-Phosphorsäure zersetzen und dabei das Selen zu Selenwasserstoff reduzieren, das Gas in Natronlauge auffangen, mit Wasserstoffperoxyd oxydieren, die gebildete Selen- säure durch Kochen mit Salz- säure in selenige Säure über- führen und schließlich nach der Reduktion mit Zinn(II)- chlorid das kolloidale rote Selen (Gummi arabicum als Schutzkolloid) bei 372 nm photometrieren. — *Arbeits- weise.* Die genau bekannte Probenmenge wird in den Reaktionskolben (Abb. 1) von geeigneter Größe gebracht und, falls es sich um eine Lö- sung handelt, zur Trockne ab- gedampft. Nach dem Zufügen

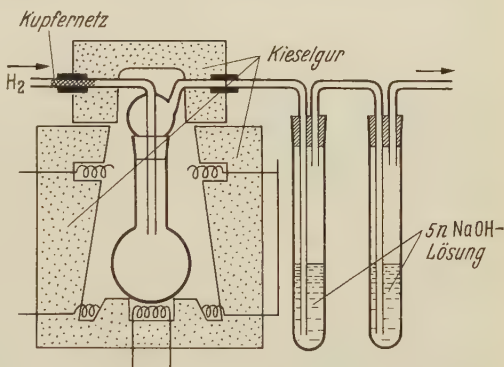


Abb. 1. Reaktionskolben nach KIBA-AKAZA-HACHINO

von 10–50 g Gemisch aus Zinn(II) und starker Phosphorsäure (siehe unten) wird die Luft mit 4fach gereinigtem Wasserstoff (Wasser, 1%ige Kaliumpermanganatlösung in 10%iger Soda- lösung, 2%ige Vanadium(II)-sulfatlösung in 6 n Schwefelsäure und 5%ige Barium- chloridlösung) verdrängt, danach der Wasserstoffstrom auf 1 Blase/sec eingestellt und 20–30 min erhitzt. Nun spült man den Inhalt der beiden Absorptionsgefäße, die man vor Beginn der Analyse mit 5–10 ml 5 n Natronlauge beschickt hat, in einen 100 ml-Erlenmeyer-Kolben und oxydiert die Lösung tropfenweise mit Perhydrol. Das überschüssige Wasserstoffperoxyd wird wieder verkocht (etwa 10 min), die Lösung mit konz. Salzsäure neutralisiert und 20 ml im Überschuß zugegeben. Durch 20 min langes Kochen am Rückfluß wird die Selensäure zu se- leniger Säure reduziert, während vorhandene Schwefelsäure unverändert bleibt. Die Lösung gibt man in einen 100 ml-Meßkolben, setzt 4 ml 1%ige wäßrige Gummi- arabicum-Lösung zu und bringt das Volumen auf ungefähr 95 ml. Nun erwärmt man

den K lbcheninhalt in einem Thermostaten auf 45  C, f gt 5 ml 15%ige Zinn(II)-chloridl sung in 9 n Salzs ure zu und h lt weitere 20 min bei dieser Temperatur. Nach dem Abk hlen wird genau zur Marke aufgef llt und die Extinktion des kolloidalen, elementaren Selen bei 372 nm in 1 cm-Zellen gegen Blindansatz gemessen. Das Beersche Gesetz ist von 0,1—2,5 mg Se/100 ml erf llt. Die mitgeteilten Ergebnisse sind gut, die relative Abweichung betr gt im angegebenen Konzentrationsbereich weniger als 5%. Die Methode findet Anwendung auf die *Selenbestimmung in Pyriten* (1—3 g Einwaage). Schwefel und Eisen st ren dabei nicht. Die Ergebnisse sind ebenfalls gut und stimmen mit denen nach anderen Methoden  berein. Der Zeitbedarf betr gt etwa 2 Std. Schwefel wird zu Schwefelwasserstoff reduziert und l sst sich jodometrisch oder photometrisch bestimmen² (sowohl in anorganischem wie organischem Material). — *Aufschlu -Reduktionsgemisch*. 400 g konz. Orthophosphors ure (D 1,7) werden so lange (etwa 30 min) in einem 300 ml-Erlenmeyer-Kolben erhitzt, bis ein eintauchendes Thermometer 300  C anzeigt. Die Dehydratation wird erheblich beschleunigt, wenn man die entstehenden D mpfe seitlich absaugt. Zu langes Erhitzen ergibt eine tr be, viscose L sung, die unbrauchbar ist. 250 g dieser starken Phosphors ure werden zu 50 g Zinn(II)-chloriddihydrat gegeben und wie oben innerhalb 30 min auf 300  C erhitzt. Nach dem Abk hlen erh lt man eine sehr viscose, mitunter leicht getr bte Fl ssigkeit, die man in einem geschlossenen Gef   aufbewahrt.

¹ Bull. chem. Soc. Japan **32**, 454—458 (1959). Univ. Kanazawa (Japan). —

² KITA, T., u. Mitarb.: Bull. chem. Soc. Japan **28**, 641, 645 (1955); **30**, 482, 972 (1957); vgl. diese Z. **154**, 152 (1957); **165**, 60 (1959).

E. BANKMANN

Zur Trennung von 4- und 6wertigem Selen eignet sich nach V. I. PLOTNIKOV¹ die Mitf llung mit Eisen(III)-hydroxyd. SeO_3^{2-} -Ionen werden bei pH 8,4—8,6 quantitativ mit $\text{Fe}(\text{OH})_3$ mitgef llt, w hrend SeO_4^{2-} in L sung bleibt. Die Vollst ndigkeit der F llung wurde mit Hilfe des radioaktiven Isotops ⁷⁵Se gepr ft. — *Arbeitsweise*. Die L sung, etwa 50 ml, soll 14 mg Fe^{3+} enthalten und 0,5 n an NH_4NO_3 sein. Man f llt das Eisen vollst ndig durch tropfenweise Zugabe von Ammoniak und gibt noch 5—6 ml 1 n Ammoniak zu. Man l sst 5—10 min stehen, filtriert und w scht mit einer L sung aus 500 ml 0,5 n Ammoniumnitratl sung und 30 ml 1 n Ammoniak (pH   8,3—8,6) nach. Im Filtrat kann dann das Selenat bestimmt werden.

¹ Zavodskaja Laborat. **25**, 666—668 (1959) [Russisch]. Allunions H ttenmetallurg. Wiss.-Forsch.-Inst. f. Buntmetalle.

H. NIESWAND

 ber den Mikronachweis und die colorimetrische Mikrobestimmung von Molybd n(VI) mit Morin berichten GY. ALM SSY und M. VIGV RI¹. Obwohl Morin mit vielen Kationen farbige Komplexe bildet, wird der Nachweis von Molybd n spezifisch, wenn der in der sauren,  DTA und Natriumfluorid enthaltenden L sung mit Morin gebildete Komplex mit n-Butanol ausgesch ttelt wird. — *Ausf hrung*. 5 ml der mit Salzs ure auf 0,1—0,5 n anges uerten L sung werden mit 3 ml 2,5%iger  DTA-L sung, 0,5 ml ges tt. Natriumfluoridl sung, 2 ml n-Butanol und 0,5 ml 0,33%iger butanolischer Morinl sung gesch ttelt. In Gegenwart von Molybd n ist die butanolische Phase orangegef rbt. Die Nachweisgrenze betr gt 0,05 μg Molybd n in 5 ml L sung. Zr, Th, Cu, Pb, Zn, Ca, Sr, Ba, Be, Mg, Cd, Co, Ni, Cr^{III} st ren in Mengen bis zu 20 mg nicht, Al und Sb k nnen in Mengen bis 10 mg, Fe^{III} bis 5 mg, Sn bis 3 mg und Ti^{IV} bis 1 mg zugegen sein. Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- st ren nicht. Zur colorimetrischen Bestimmung wird die auf 0,1 n anges uerte, mit  DTA und Natriumfluorid versetzte L sung mit je 5 ml Butanol und 0,5 ml 0,33%iger butanolischer Morinl sung 4 mal ausgesch ttelt und die Extinktion der vereinigten Extrakte bei 430 m μ gegen n-Butanol gemessen. Die Eichgerade wird

mit Anteilen einer Lösung bekannter Molybdänkonzentration in gleicher Weise festgestellt. Die Bestimmung von 1–30 μg Molybdän in 20 ml Versuchslösung ist mit einem Fehler von höchstens $\pm 4\%$ ausführbar.

¹ Acta chim. Acad. Sci. hung. **20**, 243–251 (1959). Forsch. Inst. Physik, Akad. Wiss. Debrecen.

J. PLANK

Fluor. Zur Fluoridbestimmung mit Eriochromcyanin oder mit Natriumalizarinsulfonat verwendet J. A. C. VAN PINXTEREN¹ ein von ihm selbst konstruiertes Doppelkeilcolorimeter mit photoelektrischer Anzeige. Der Verf. beschreibt im Original die Konstruktion seines Apparates und die Analysenausführungen.

¹ Pharmac. Weekbl. **94**, 649–655 (1959) [Holländisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Rijksuniv. Utrecht (Holland).

KLAUS BRODERSEN

Aufbauend auf systematischen Untersuchungen zur Polarographie von Uran(IV) haben D. J. McEWEN und TH. DE VRIES¹ eine amperometrische Bestimmung für 0,04–2,2 mg Fluorid angegeben. Untersucht wird vor allem die pH -Abhängigkeit des Halbstenpotentials der anodischen Uranstufe in Perchlorat-, Chlorid- und Sulfanilatlösung, als Systeme ohne Komplexbildung, und in Formiat-, Acetat- und Monochloracetatlösung (Komplexbildung). Die Diffusionsstromkonstanten in diesen letzten 3 Lösungen werden (bei den pH -Werten 3,7, 5,1 und 3,5) zu 2,67, 2,17 und 1,93 bestimmt. — Für die amperometrische Fluoridbestimmung mit Uran(IV)-chlorid oder -perchlorat an der Tropfelektrode ($t = 5,6$ sec, $m = 1,35$ mg/sec bei $-0,5$ V) wird folgende Vorschrift angegeben: 20 ml 0,2 m Formiatpufferlösung vom pH -Wert 3,5–3,7 werden von Sauerstoff befreit (Stickstoff) und mit der Uranlösung (0,012 m an Uranchlorid, 0,15 m an Salzsäure und 0,8 m an KCl oder 0,012 m an Uranperchlorat und 0,1 m an Perchlorsäure) bei $+0,10$ bis $+0,15$ V gegen die gesätt. Kalomelektrode unter Rühren und Abwarten der Stromeinstellung für einige Minuten titriert. Eine Grundstromkorrektur ist erforderlich. Der Äquivalenzpunkt liegt bei F:U = 2:1. Geringe Mengen Chlorid oder Sulfat sind ohne Einfluß. Der Fehler kann bis zu 10% betragen.

¹ Analyt. Chemistry **31**, 1347–1351 (1959). Univ. Lafayette, Ind.(USA). K. CRUSE

Eine neue Reaktion zum Nachweis und zur photometrischen Bestimmung von Rhenium beschreibt A. I. LAZAREV¹. Gibt man zu einer salzsauren Perrhenatlösung Natriumsulfid und SnCl_2 -Lösung, so bildet sich eine rot gefärbte Verbindung, in der 4 wertiges Rhenium nachgewiesen wurde. Das Re ist wahrscheinlich komplex im Anion gebunden, da es am Anionenaustauscher absorbiert wird. Durch Versetzen von 2 ml zu untersuchender Lösung mit 2 ml konz. Salzsäure, 0,25 ml 1 m Na_2SO_3 -Lösung und 0,25 ml 5%iger SnCl_2 -Lösung in konz. Salzsäure kann nach 10–15 min noch 0,5 μg Re an der Färbung erkannt werden. — *Photometrische Bestimmung.* Man gibt zur Probelösung 10 ml 2:1 verd. Salzsäure, 2 ml 0,5 m Natriumcitratlösung, kühlt ab, versetzt mit 1 ml 1 m Na_2SO_3 -Lösung sowie 1 ml 5%iger SnCl_2 -Lösung und füllt mit Wasser auf 25 ml auf. Innerhalb von 20 min photometriert man bei 400 nm. Aus der gefärbten wäßrigen Lösung kann man den Komplex auch mit 11 ml Isoamylalkohol ausschütteln, die alkoholische Schicht filtrieren und in einer 30 mm-Küvette bei 400 nm photometrieren. Der molare Absorptionskoeffizient beträgt für die wäßrige Lösung $1,1 \cdot 10^4$, für die alkoholische Lösung $6,9 \cdot 10^3$. Das Lambert-Beersche Gesetz ist in wäßriger Lösung bis zur Konzentration von 8 μg Re/ml erfüllt. Der relative Fehler übersteigt nicht 7%. Bis 0,2 mg Vanadiumverbindungen und 0,1 mol/l Salpetersäure stören die Bestimmung nicht. Gefärbte Ionen (Ni, Co, Cr) Molybdate und Wolframate dürfen nicht vorhanden sein.

¹ Ž. anal. Chim. **14**, 362–364 (1959) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Landwirtschaftl. Inst. Akmolinsk.

H. NIESWAND

Die Trennung von Kobalt und Mangan kann nach L. M. ORLOVA¹ folgendermaßen erfolgen: Die Probelösung ($pH \geq 2$) läßt man durch eine Kationaustauschersäule ($L = 18$ cm, $\varnothing = 1$ cm) in der H^+ -Form laufen, wobei Mn und Co adsorbiert werden. Dann eluiert man Co [und etwa anwesendes Eisen(III)] mit einem 1,5- bis 2fachen Überschuß von gesätt. Nitroso R-salzlösung, wäscht mit Wasser bis zur Farblosigkeit des Filtrats und eluiert Mn mit 4 n Schwefelsäure. Die Mn-Bestimmung erfolgt nach dem Oxydieren mit Peroxydisulfat in Gegenwart von Ag-Ionen titrimetrisch mit Arsenitlösung. Die Methode wurde mit Standardstählen erprobt. Die optimale Einwaage beträgt 0,05 g.

¹ Zavodskaja Laborat. 25, 417 (1959) [Russisch]. Inst. f. Stähle, Moskau.

H. NIESWAND

Nickel. E. D. SALESIN und L. GORDON¹ teilen in einem Brief an den Herausgeber mit, daß es ihnen gelungen sei, Nickel aus homogener Lösung mit Dimethylglyoxim zu fällen, das unter kontrollierten Bedingungen durch die Reaktion von Diacetyl mit Hydroxylamin in der wäßrigen Nickellösung erzeugt wird. Das Nickeldimethylglyoxim scheidet sich in Form roter Nadeln ab. Einzelheiten der Bestimmungsmethode sollen später veröffentlicht werden.

¹ Talanta (London) 2, 392–393 (1959). Case Inst. of Technol., Cleveland, Ohio (USA).

A. KURTENACKER

Osmium. Die spektrophotometrische Osmiumbestimmung mit Sulfanilsäure beschreiben A. K. MAJUMDAR und J. G. SEN GUPTA¹. Osmium(VI) und (VIII) bilden mit dem Reagens im pH -Bereich 1,8–3,5 einen stabilen dunkelvioletten gefärbten Komplex, dessen Absorptionsmaximum bei 490 nm liegt. Es wurde festgestellt, daß es sich um einen 1:2-Komplex handelt. Die Dissoziationskonstante wurde zu $1,2 \cdot 10^{-7}$ ermittelt. — *Ausführung.* Steigende Mengen Osmium(VIII)-testlösung von 0,5–9 $\mu g/ml$ bzw. Osmium(VI)-lösung von 1–18 $\mu g/ml$ werden in 25 ml-Meßkolben mit 5 ml 1%iger Sulfanilsäure-Reagenslösung (1 g in Wasser suspendieren, durch Zugabe einer genügenden Menge Na_2CO_3 in Lösung bringen und danach auf 100 ml verdünnen) versetzt und mit Pufferlösung von pH 3,4 (aus 0,2 n Essigsäure und 0,2 n Natriumacetatlösung gemischt) bis zur Marke aufgefüllt. Nach einer Wartezeit von 2 Std wird gegen den Reagentienblindansatz in 10 mm-Schichtdicke bei 490 nm gemessen. Die Färbung ist 24 Std konstant und erfüllt für beide angegebenen Bereiche das Lambert-Beersche Gesetz. Der relative Fehler wird für beide Bereiche im Mittel mit etwa $\pm 3\%$ angegeben. Die Elemente Pd^{2+} , Pt^{4+} , Ru^{3+} , Rh^{3+} , Ir^{4+} , Cu^{2+} , Ag^+ , Zn^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Al^{3+} , Th^{4+} , Zr^{4+} , As^{3+} , Sb^{3+} , Cr^{3+} , W^{6+} , U^{6+} , Mn^{2+} , Co^{2+} und Ni^{2+} stören, selbst wenn sie nur in der gleichen Größenordnung vorkommen. Osmium muß deshalb vorher nach einer Destillationsmethode² entfernt werden.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) 21, 260–265 (1959). Jadavpur Univ., Calcutta (Indien). — ² SANDELL, E. B.: Colorimetric Determination of Traces of Metals, 2. Aufl., Interscience Publ. Inc., New York (1950).

H. POHL

Nach A. K. MAJUMDAR und C. P. SAVARIAR¹ lassen sich 8–24 mg Osmium(IV) spektralphotometrisch mit Tiron (1,2-Dihydroxybenzol-3,5-disulfonsäure) in Natriumacetat enthaltender Lösung bei pH 4,9–5,5 bestimmen. Das Absorptionsmaximum des 1:1-Komplexes liegt bei 470 nm mit einem molaren Extinktionskoeffizienten von 5706. Noch 0,033 μg Osmium(IV)/ cm^2 lassen sich mit Tiron unter diesen Bedingungen nachweisen. Es stören: Fe^{3+} , Ti^{4+} , Nb^{5+} , Ta^{5+} , Ce^{4+} , VO_2^{2+} , CrO_4^{2-} , MoO_4^{2-} , OsO_4 , VO_3^- , $S_2O_3^{2-}$, Ag^+ , Au^{3+} und andere Platinmetalle mit Ausnahme des Platins, das in 10fachem Überschuß vorhanden sein kann. — Man erhitzt die

Probelösung unter Zusatz von 5%iger Tironlösung und genügend 5 n Natriumacetatlösung 15 min lang im siedenden Wasserbad und photometriert innerhalb von 4 Std.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) **21**, 146–150 (1959). Jadavpur Univ., Calcutta (Indien).

KLAUS BRODERSEN

III. Analyse organischer Stoffe

1. Elementaranalyse

Zur Direktbestimmung des Sauerstoffs in Alkali- und Erdalkalisalzen organischer Säuren nach SCHÜTZE-UNTERZAUCHER in der Modifikation von K. BÜRGER¹ überschichtet W. HUBER² die Probe in einem Quarzschiffchen mit 150 mg fein gepulvertem Silberchlorid und erhitzt im Wasserstoffstrom. Aus dem Silberchlorid wird Chlorwasserstoff frei, der durch Bildung der Chloride den zu bestimmenden Sauerstoff aus den Salzen freimacht. Der Blindwert ist praktisch gleich 0, jedoch muß bei Inbetriebnahme eines neuen Rohres eine Leerbestimmung mit AgCl allein durchgeführt werden. Das verwendete Silberchlorid wird wie üblich gefällt und ausgewaschen, mit Aceton-Trockeneis gekühlt, pulverisiert und in einer braunen Flasche aufbewahrt. Werden viele schwefelhaltige Substanzen hintereinander analysiert, so ergeben sich zu niedrige Werte. Es wird daher empfohlen, nach 2 Bestimmungen schwefelhaltiger Substanzen immer eine schwefelfreie einzuschieben.

¹ Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 313; vgl. diese Z. **160**, 304 (1958). — ² Mikrochim. Acta (Wien) **1959**, 751–755. Badische Anilin- & Soda-Fabrik A.G., Ludwigshafen/Rhein.

G. DENK

Die Bestimmung von organisch gebundenem Fluor führen B. Z. SENKOWSKI, E. G. WOLLISH und E. G. E. SHAFER¹ in weniger als 1 Std durch, indem sie die Substanz mit etwas Natriumperoxyd in einer Schöniger-Flasche verbrennen und das Fluor photometrisch nach S. MEGREGIAN² bestimmen. 400 µg P/50 ml sind noch zulässig. Größere Mengen Phosphat stören und erfordern eine Willard-Winter-Destillation³. — *Ausführung.* Von der pulverisierten und im Vakuum gut getrockneten Substanz werden 10–35 mg auf Filterpapier (Whatman Nr. 42) abgewogen. Bei einem Gehalt von mehr als 30% F sollen nur 10 mg eingesetzt werden. Dann gibt man etwa 20 mg (bei über 30% F 30 mg) Natriumperoxyd darauf und klemmt das zusammengefaltete Papier am Platindraht fest. In die 500 ml-Schöniger-Flasche gibt man 50 ml 0,1 n Natronlauge und leitet dann Sauerstoff ein. Wenn alle Luft verdrängt ist, zündet man das Papier an, setzt den Stopfen schnell auf und hält die Flasche in einem Winkel von 45° schief. Die Verbrennung soll hinter einer Schutzscheibe vorgenommen werden. Nach Abklingen der Reaktion schüttelt man 1 min kräftig, gibt 10–15 ml Wasser auf den Rand des Stopfens und läßt 15 min stehen. Dann wird die Flasche etwas erwärmt, bis der Stopfen sich leicht löst. Stopfen und Platindraht werden mit Wasser abgespült. Nach Zusatz von 2 Tr. 1%iger alkoholischer Phenolphthaleinlösung neutralisiert man bis zur Entfärbung mit 10%iger (etwa 1,6 n) Salpetersäure und gibt dann wieder 0,1 n Natronlauge bis zur leichten Rosafärbung zu. Die Lösung wird in einen 1 l-Meßkolben übergeführt und aufgefüllt. Eine geeignete Menge, die 30–35 mg F enthalten soll, pipettiert man in einen 50 ml-Meßkolben, verdünnt auf 25 ml, gibt 5 ml Eriochrome cyanin R-Lösung (0,10 g in 100 ml Wasser) und 5 ml Zirkonylchloridlösung (0,265 g ZrOCl₂ · 8 H₂O in 50 ml Wasser + 700 ml konz. Salzsäure, auf 1 l verdünnt) hinzu und verdünnt zur Marke. Eine Blindprobe bereitet man aus 25 ml Wasser, 5 ml Eriochrome cyanin R-Lösung und 5 ml 8,4 n Salzsäure im

50 ml-Kölbchen. Man mißt die Absorption der Probelösung im Beckman-Spektrophotometer, Modell B, bei 527,5 nm gegen die Blindprobe. Für 20–40 µg F/50 ml ist die Eichkurve linear. Die Genauigkeit der Ergebnisse beträgt $\pm 2\%$.

¹ Analyt. Chemistry **31**, 1574–1576 (1959). Hoffmann-La Roche Inc., Nutley, N. J. (USA). — ² Analyt. Chemistry **26**, 1161 (1954); vgl. diese Z. **154**, 284 (1957). —

³ WILLARD, H. H., u. O. B. WINTER: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **5**, 7 (1933); vgl. diese Z. **96**, 213 (1934).

MARGOT ZIMMERMANN

2. Qualitative und quantitative Analyse

Die nasse Oxydation von organischem Material mit Hilfe von Perchlorsäure-Schwefelsäure-Gemischen bei kontrollierten Temperaturen wurde von H. DIEHL und G. F. SMITH¹ studiert. Die Verff. fanden, daß das Oxydationspotential von Perchlorsäure eine Funktion der Temperatur und der Konzentration ist. So oxydiert 50%ige Perchlorsäure beim Kochen nur sehr langsam Eisen(II)-salze. 72,5%ige Perchlorsäure (Azeotrop) mit einem Siedepunkt von 203° C ist bereits ein starkes Oxydationsmittel und führt Chrom(III)-salze in Chromat über. Ein noch höheres Oxydationspotential läßt sich durch Zugabe von konz. Schwefelsäure erreichen. So wird nachgewiesen, daß bei hinreichender Zugabe von konz. Schwefelsäure zu Perchlorsäure 100%ige Perchlorsäure abdestilliert. Eine weitere Steigerung der Oxydationswirkung wird durch Zugabe von einigen Milligrammen Ammoniumvanadat bewirkt. Im einzelnen erörtern die Verff. die zur Oxydation von Kohle, Ionenaustauschharzen, Alkaloiden, Nylon, Perlon, Gummi und heterocyclischen Stickstoffverbindungen erforderlichen Oxydationslösungen. — *Arbeitsweise.* Die Oxydation wird in der Apparatur von P. O. BETHGE² durchgeführt. Diese Apparatur besteht aus einem Schliffkolben mit seitlich eingeführtem Thermometer, aus einem Destillationsaufsatz mit Luftkühler und 2 Wege-Hahn und einem Wasserkühler. Im wesentlichen werden 3 Oxydationslösungen verwendet. Für leicht oxydierbare Stoffe (*Cellulose, Zucker, Alkohole*) benutzt man ein Gemisch von Salpetersäure und Perchlorsäure oder 55–65%ige Perchlorsäure mit und ohne Zusatz von Ammoniumvanadat. Als 2. (stärkeres) Oxydationsgemisch dient 64,5%ige Perchlorsäure, der einige Milligramme Ammoniumvanadat zugesetzt sind. Für schwer oxydierbare Stoffe benutzt man ein Gemisch von gleichen Teilen 96,3%iger Schwefelsäure und 69,6%iger Perchlorsäure mit Zusatz von einigen Milligrammen Ammoniumvanadat. Die Oxydation dauert etwa 15–30 min. Bei Stoffen, bei denen die Oxydation stark exotherm verläuft (z. B. *Kohle, Anthrazit, Bitumen*) setzt man zunächst ein Gemisch von 2,5 ml konz. Schwefelsäure und 7,5 ml 69,6%ige Perchlorsäure zu und erhitzt langsam auf 80–85° C. Nachdem die exotherme Reaktion abgeklungen ist, setzt man durch den Kühler 5 ml konz. Schwefelsäure hinzu, die etwa 5–6 mg Ammoniumvanadat enthält, und erhitzt zum Kochen. Zur Oxydation von *Ionenaustauschern* erhitzt man zunächst mit 15 ml konz. Schwefelsäure + 2 mg Ammoniumvanadat und setzt zur Vervollständigung der Oxydation 5 ml 70%ige Perchlorsäure hinzu. *Gummi* digeriert man zunächst mit 7,5 ml konz. Schwefelsäure und 1–2 mg Vanadat und fügt nach 10 min 7,5 ml 69,6%ige Perchlorsäure hinzu.

¹ Talanta (London) **2**, 209–219 (1959). State College Ames, Iowa und Univ. Urbana, Ill. (USA). — ² Anal. chim. Acta (Amsterdam) **10**, 317 (1954); vgl. diese Z. **145**, 305 (1955).

G. KAINZ

Zur Mikrobestimmung der Hydrierzahl in organischen Verbindungen benutzen M. R. CHAPHEKAR und T. S. GORE¹ eine früher beschriebene² Apparatur nach ROTH (Abbildung im Original). In den einen Schenkel des Λ -förmigen Reaktionskölbchens

werden 4–6 mg Probe eingewogen, während sich in dem anderen Schenkel etwa 25 mg Katalysator (30% Palladium auf Kohle, hergestellt nach A. I. VOGEL³), 2 kleine in Glas eingeschmolzene Stücke Eisendraht als Magnetrührer sowie 3,4–4,5 ml Eisessig befinden. Nach gründlichem Spülen der Apparatur mit getrocknetem und bei 750° C über Platinkontaktsternen gereinigtem Wasserstoff wird der Inhalt des Katalysatorkölbchens unter kräftigem Rühren 30 und 10 min mit Wasserstoff bei je 1 cm Hg-Überdruck gesättigt. Nach Ablesen von Druck, Temperatur und Bürettenstand führt man durch vorsichtiges Kippen den Katalysator in das Probekölbchen über und läßt wieder unter gleichen Bedingungen Wasserstoff einwirken. Aus der festgestellten Wasserstoffaufnahme wird nach den Angaben von C. L. OGG und F. J. COOPER⁴ die Wasserstoffzahl errechnet. — Nach den Beleganalysen weichen die Wasserstoffzahlen verschiedener ungesättigter Säuren 0,9% von den theoretischen Werten ab.

¹ Mikrochim. Acta (Wien) 1959, 664–669. Univ. of Bombay, Matunga, Bombay (Indien). — ² ARJUNGI, K. N., R. S. KULKARNI u. T. S. GORE: J. Sci. Indust. Res. 17B, 459 (1958). — ³ Practical Organic Chemistry, S. 823. Longmans Green and Co., London 1948. — ⁴ Analyt. Chemistry 21, 1400 (1949); vgl. diese Z. 132, 311 (1951).
H. GARSCHAGEN

Aus Gemischen von Fettalkoholen und Kohlenwasserstoffen kann man nach V. B. KOGAN, V. M. FRIDMAN und T. G. ROMANOVA¹ die Alkohole durch 1- oder 2malige Extraktion mit Äthylenglykol vollständig abtrennen. Während man die Kohlenwasserstoffe direkt erhält, müssen die Alkohole vom Äthylenglykol durch fraktionierte Destillation getrennt werden. Auch Gemische von 80% Glykol und 20% Wasser eignen sich zur Trennung von Fettalkoholen und KW-Stoffen. Die Versuche wurden mit reinen Testsubstanzen — Butanol-n-Heptan — durchgeführt. Es handelt sich um eine Trennung für technologische Zwecke.

¹ Ž. prikl. Chim. 32, 847–852 (1959) [Russisch].

H. NIESWAND

Eine titrimetrische Bestimmungsmethode von Alkylmercaptan-Dialkylsulfidgemischen und Alkylmercaptan-Alkyldisulfidgemischen wurde von B. JASELSKIS¹ ausgearbeitet. Zur Bestimmung eines Alkylmercaptan-Dialkylsulfidgemisches wird in einem Teil das Mercaptan mit Jodlösung titriert, in einem anderen Teil wird an das Mercaptan Acrylnitril angelagert, wobei ein substituiertes Dialkylsulfid entsteht. Die Summe der Dialkylsulfide wird sodann mit Bromat-Bromidlösung ermittelt. Bei Gemischen von Alkylmercaptan mit Alkyldisulfid wird der Mercaptangehalt zuerst jodometrisch erfaßt. Hierauf wird das Disulfid mit Zink zum Mercaptan reduziert und die gesamte Menge an Mercaptan jodometrisch ermittelt. — *Arbeitsweise. Bestimmung von Alkylmercaptan-Dialkylsulfidgemischen.* Die Probe wird in 2 gleiche Teile geteilt und jeder Teil mit 30–50 ml Alkohol versetzt. Eine dieser Lösungen wird mit 2 ml Eisessig versetzt und mit 0,1 n Jodlösung titriert. Zur 2. Lösung gibt man 3 Tr. 10% ige Kalilauge sowie einen 2fachen Überschuß an Acrylnitril, bezogen auf die Menge Mercaptan. Man erhitzt 2 min zum Sieden, säuert mit 15 ml Eisessig an, die 3 ml konz. Salzsäure enthalten, und titriert mit 0,1 n Bromat-Bromidlösung. Die Menge Dialkylsulfid (in Gramm) = [Milliäquiv. Bromat · 2 (Milliäquiv. Jod)] · Äquiv.-Gewicht des Dialkylsulfids. — *Bestimmung von Alkylmercaptan-Alkyldisulfidgemischen.* Die Probe wird in 2 gleiche Teile geteilt. Ein Teil wird mit 0,1 n Jodlösung titriert. Der 2. Teil wird mit 25 ml Alkohol, 5 ml Essigsäure und 0,5 ml Salzsäure versetzt und mit granuliertem Zink (20 mesh) 30 min unter Rückfluß gekocht. Nach Abkühlen in einem Eisbad wird die gesamte Mercaptanmenge mit Jod titriert. Bei Reduktion von

Äthyldisulfid wird an den Rückflußkühler noch ein Wäscher mit einer gemessenen Menge Jodlösung angeschlossen, um flüchtiges Äthylmercaptan zu erfassen. Berechnung: Disulfid = Faktor der Jodlösung $\cdot (m_2 - m_1) \cdot \text{Äquiv.-Gewicht des Disulfids}$.

¹ *Analyt. Chemistry* **31**, 928—931 (1959). Univ. Ann Arbor, Mich. (USA).

G. KAINZ

Zur Trennung von Nitroparaffinen (C_1 — C_3) reduzieren M. I. ROZOVA und F. N. STOLJAROVA¹ die Nitroparaffine zu den entsprechenden Alkylaminen und trennen diese chromatographisch. Der Gesamtamingehalt wird titrimetrisch ermittelt. — *Arbeitsweise*. Die Reduktion der Nitroparaffine erfolgt nach K. JOHNSON und E. DEGERING² durch Behandeln mit einem genügenden Überschuß an aktivem reduziertem Eisen. Aus der alkalisch gemachten Reaktionslösung destilliert man die freien Amine in 0,5 n Schwefelsäure und dampft diese Lösung auf 10 ml ein. Zur Ermittlung des Gesamtgehaltes an Aminen neutralisiert man 1 ml dieser Lösung mit 0,1 n Natronlauge, versetzt mit 35 ml gegen Phenolphthalein neutralem Aceton und titriert mit 0,1 n Natronlauge auf schwache Rosafärbung. Dann gibt man 5 ml gegen Phenolphthalein neutrale Formalinlösung zu und titriert wieder auf Rosafärbung. — Zur Vorbereitung der Chromatographiersäule mischt man 35 g lufttrockene Stärke mit 0,35 g bei 700—800° C geglühtem CaO. Dazu gibt man soviel Wasser, daß der Gesamtwassergehalt, bezogen auf absolut trockene Stärke etwa 60% beträgt. Dann versetzt man mit 28 ml reinem Benzol und mischt nochmals gut durch. Die Masse füllt man in das Chromatographierrohr, so daß die Höhe der Säule bei einem Durchmesser von 17—18 mm 18 cm beträgt. Darauf kommt eine 2. Schicht aus 2 g Stärke, 0,9 g ungeglühtem CaO und 1 ml Wasser. Dann saugt man 1 ml der Alkylaminlösung durch die Kolonne bei einem Druck von 180 Torr. Als bewegliche Phase dient Butanol oder, bei vielen Komponenten, Butanol-Benzol 30:70. Die durchlaufende Lösung fängt man in 15—20 ml Wasser auf und titriert ununterbrochen mit 0,05 n Salzsäure gegen Bromthymolblau. In der 1. Fraktion erhält man n- und iso-Propylamin gemeinsam, dann folgt Äthylamin und anschließend Methylamin. Der relative Fehler beträgt ± 5 —7%. Die Methode gestattet nicht die Trennung von 1- und 2-Nitropropan, doch kann 2-Nitropropan leicht photometrisch bestimmt werden.

¹ *Ž. anal. Chim.* **14**, 343—346 (1959) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Staatl. Inst. Angew. Chem. Leningrad. — ² *J. Amer. chem. Soc.* **61**, 3194 (1939).

H. NIESWAND

Die Mikrobestimmung von Ketogruppen in Ketonen, Ketonsäureestern und Diketonen erfolgt nach V. A. KLIMOVA und K. S. ZABRODINA¹ durch Oximierung mit Hydroxylaminhydrochlorid in Gegenwart von Triäthanolamin und Zurücktitrieren des Triäthanolaminüberschusses. — *Arbeitsweise*. Die Reagenslösung wird durch Lösen von 0,7 g (für 0,1 n oder 3,5 g für 0,5 n Lösung) Hydroxylaminhydrochlorid in 10 ml Wasser, Zusatz von 0,5 g Triäthanolamin und Auffüllen auf 100 ml mit 96%igem Äthanol hergestellt. Zu 5 ml dieser Reagenslösung gibt man 3—10 mg der Einwaage und erhitzt 1—3 Std auf dem Wasserbad bei 70—75° C unter Rückfluß. Dann gibt man 3 Tr. einer 0,1%igen Lösung von Bromphenolblau in 20%igem Äthanol dazu und titriert mit 0,02 n Salzsäure visuell oder potentiometrisch zum p_H -Wert 3,3. Bei der visuellen Titration gibt man zur besseren Endpunktserkennung etwas Kochsalzlösung dazu. Bei der potentiometrischen Titration titriert man erst visuell bis zur Grüngelbfärbung und dann potentiometrisch gegen eine Glas- und Kalomelelektrode. Berechnung: Prozent CO-Gruppe = $2801 n (a-b)/E$ (n = Normalität der Salzsäure; a = ml Salzsäure, die zur Titration der Leerprobe verbraucht werden; b = ml Salzsäure, die zur Titration

der Probe verbraucht werden; E – Einwaage in Milligramm). Die Genauigkeit beträgt bei Verwendung einer 0,1 n Hydroxylaminhydrochloridlösung $\sim \pm 0,3\%$, bei 0,5 n $\sim \pm 0,5\%$.

¹ Izv. Akad. Nauk SSSR, Otd. Chim., 1959, 1343–1345 [Russisch]. N. D. Zelinskij-Inst. f. organische Chem. Akad. Wiss. UdSSR. H. NIESWAND

Konduktometrische Titrationsen zweibasischer Carbonsäuren in nichtwäßrigen Lösungen haben N. VAN MEURS und E. A. M. F. DAHMEN¹ systematisch ausgeführt und dabei vor allem den Einfluß folgender Größen auf die Gestalt der Titrationskurven studiert: Abstand der Carboxylgruppen, Solvatation und Dielektrizitätskonstante des Lösungsmittels, Größe des Kations der verwendeten Base und Temperatur. Als Basen dienten Tetramethyl- und Tetrabutyl-ammoniumhydroxyd in Methanol-Benzol 1:1 für die 0,3 n und 1:3 oder 1:4 für die 0,1 n Lösung der Base, ferner Diäthylamin und Piperidin (0,2 n) in Methanol sowie Lithium- oder Kalium-methylat (0,1 n) in Methanol. Titriert wird in der früher angegebenen Versuchsanordnung², die durch einen Oscillographen als Nullpunkts-indicator in der Brücke erweitert ist, um eine Genauigkeit von im ungünstigsten Falle 1% sicher zu stellen. — Die Untersuchung der Einflüsse auf die Form der Titrationskurven erstreckt sich auf die Titration von *Oxalsäure*, *Malonsäure*, *Bernsteinsäure*, *Glutarsäure*, *Adipinsäure* und *Sebacinsäure* in Pyridin, ebenso von *Malein-* und *Fumarsäure*, von *Phthalsäure* und *Isophthalsäure*. Titriert wird auch *Malonsäure* im Gemisch Dimethylformamid-Benzol (3:1) bis (1:3), *Bernsteinsäure* im Gemisch Methanol-Benzol (1:1) und (1:2) mit Kaliummethylat, ferner *Bernsteinsäure*, *Isophthalsäure* und *Adipinsäure* bei verschiedenen Temperaturen und *Fumarsäure*, *Adipinsäure* und *Isophthalsäure* im Pyridin-Benzol-Gemisch (5:1). Die Versuche liefern Kurven mit besten Schnittwinkeln, wenn bei niedriger DK und geringer Solvatationskraft des Lösungsmittels mit Tetrabutylammoniumhydroxyd titriert wird.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) 21, 10–16 (1959). Koninkl. Shell-Laborat. Amsterdam (Niederlande). — ² VAN MEURS, A., u. E. A. M. F. DAHMEN: Anal. chim. Acta (Amsterdam) 19, 64 (1958); vgl. diese Z. 166, 127 (1959). K. CRUSE

Über die quantitative Bestimmung trans-ungesättigter Fettsäuren in Gemischen mit cis-isomeren und gesättigten Verbindungen berichten H. P. KAUFMANN, F. VOLBERT und G. MANKEL¹ im Zuge ihrer Untersuchungen zur Anwendung der Infrarotspektrographie auf dem Fettgebiet. Trans-ungesättigte Verbindungen können an einer charakteristischen Absorptionsbande bei $10,3\mu$ (CH-Deformationsschwingung) erkannt werden, während cis-Verbindungen in diesem Bereich nicht absorbieren. Zur quantitativen Auswertung dieser Banden werden mehrere in der Literatur beschriebene Methoden an Hand von bekannten Fettsäuren bzw. deren Bariumsalzen und Estern überprüft. Die Untersuchungsergebnisse an mono-ungesättigten Verbindungen und künstlichen und natürlichen Gemischen geben an, in welchem Bereich die einzelnen Verfahren praktisch ausgewertet werden können. Die Bestimmungen des trans-Gehaltes in Fetten zeigen, daß durch die Glyceridstruktur in einem Fett oder Öl ein trans-Gehalt in zum Teil beachtlicher Menge vorgetauscht werden kann.

¹ Fette u. Seifen 61, 643–651 (1959).

H. GARSCHAGEN

Die UV-spektralanalytische Bestimmung von Linol- und Linolensäure nach Isomerisierung untersucht C. FRANZKE¹. Verf. gibt standardisierte Optimalbedingungen an. Die Isomerisierung wird in Anlehnung an die klassische Methode von J. H. MITCHELL, H. R. KRAYBILL und F. B. ZSCHEILE² wie folgt durchgeführt:

Äthyl-disulfid wird an den Rückflußkühler noch ein Wäscher mit einer gemessenen Menge Jodlösung angeschlossen, um flüchtiges Äthylmercaptan zu erfassen. Berechnung: Disulfid = Faktor der Jodlösung $\cdot (m_2 - m_1) \cdot \text{Äquiv.-Gewicht des Disulfids}$.

¹ *Analyt. Chemistry* **31**, 928—931 (1959). Univ. Ann Arbor, Mich. (USA).

G. KAINZ

Zur Trennung von Nitroparaffinen (C_1 — C_3) reduzieren M. I. ROZOVA und F. N. STOLJAROVA¹ die Nitroparaffine zu den entsprechenden Alkylaminen und trennen diese chromatographisch. Der Gesamtamingehalt wird titrimetrisch ermittelt. — *Arbeitsweise*. Die Reduktion der Nitroparaffine erfolgt nach K. JOHNSON und E. DEGERING² durch Behandeln mit einem genügenden Überschuß an aktivem reduziertem Eisen. Aus der alkalisch gemachten Reaktionslösung destilliert man die freien Amine in 0,5 n Schwefelsäure und dampft diese Lösung auf 10 ml ein. Zur Ermittlung des Gesamtgehaltes an Aminen neutralisiert man 1 ml dieser Lösung mit 0,1 n Natronlauge, versetzt mit 35 ml gegen Phenolphthalein neutralem Aceton und titriert mit 0,1 n Natronlauge auf schwache Rosafärbung. Dann gibt man 5 ml gegen Phenolphthalein neutrale Formalinlösung zu und titriert wieder auf Rosafärbung. — Zur Vorbereitung der Chromatographiersäule mischt man 35 g lufttrockene Stärke mit 0,35 g bei 700—800° C geglühtem CaO. Dazu gibt man soviel Wasser, daß der Gesamtwassergehalt, bezogen auf absolut trockene Stärke etwa 60% beträgt. Dann versetzt man mit 28 ml reinem Benzol und mischt nochmals gut durch. Die Masse füllt man in das Chromatographierrohr, so daß die Höhe der Säule bei einem Durchmesser von 17—18 mm 18 cm beträgt. Darauf kommt eine 2. Schicht aus 2 g Stärke, 0,9 g ungeglühtem CaO und 1 ml Wasser. Dann saugt man 1 ml der Alkylaminlösung durch die Kolonne bei einem Druck von 180 Torr. Als bewegliche Phase dient Butanol oder, bei vielen Komponenten, Butanol-Benzol 30:70. Die durchlaufende Lösung fängt man in 15—20 ml Wasser auf und titriert ununterbrochen mit 0,05 n Salzsäure gegen Bromthymolblau. In der 1. Fraktion erhält man n- und iso-Propylamin gemeinsam, dann folgt Äthylamin und anschließend Methylamin. Der relative Fehler beträgt ± 5 —7%. Die Methode gestattet nicht die Trennung von 1- und 2-Nitropropan, doch kann 2-Nitropropan leicht photometrisch bestimmt werden.

¹ *Ž. anal. Chim.* **14**, 343—346 (1959) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Staatl. Inst. Angew. Chem. Leningrad. — ² *J. Amer. chem. Soc.* **61**, 3194 (1939).

H. NIESWAND

Die Mikrobestimmung von Ketogruppen in Ketonen, Ketonsäureestern und Diketonen erfolgt nach V. A. KLIMOVA und K. S. ZABRODINA¹ durch Oximierung mit Hydroxylaminhydrochlorid in Gegenwart von Triäthanolamin und Zurücktitrieren des Triäthanolaminüberschusses. — *Arbeitsweise*. Die Reagenslösung wird durch Lösen von 0,7 g (für 0,1 n oder 3,5 g für 0,5 n Lösung) Hydroxylaminhydrochlorid in 10 ml Wasser, Zusatz von 0,5 g Triäthanolamin und Auffüllen auf 100 ml mit 96%igem Äthanol hergestellt. Zu 5 ml dieser Reagenslösung gibt man 3—10 mg der Einwaage und erhitzt 1—3 Std auf dem Wasserbad bei 70—75° C unter Rückfluß. Dann gibt man 3 Tr. einer 0,1%igen Lösung von Bromphenolblau in 20%igem Äthanol dazu und titriert mit 0,02 n Salzsäure visuell oder potentiometrisch zum pH -Wert 3,3. Bei der visuellen Titration gibt man zur besseren Endpunktserkennung etwas Kochsalzlösung dazu. Bei der potentiometrischen Titration titriert man erst visuell bis zur Grüngebfärbung und dann potentiometrisch gegen eine Glas- und Kalomelelektrode. Berechnung: Prozent CO-Gruppe = $2801 n (a-b)/E$ (n = Normalität der Salzsäure; a = ml Salzsäure, die zur Titration der Leerprobe verbraucht werden; b = ml Salzsäure, die zur Titration

der Probe verbraucht werden; E = Einwaage in Milligramm). Die Genauigkeit beträgt bei Verwendung einer 0,1 n Hydroxylaminhydrochloridlösung $\sim \pm 0,3\%$, bei 0,5 n $\sim \pm 0,5\%$.

¹ Izv. Akad. Nauk SSSR, Otd. Chim., 1959, 1343–1345 [Russisch]. N. D. Zelinskij-Inst. f. organische Chem. Akad. Wiss. UdSSR. H. NIESWAND

Konduktometrische Titrationen zweibasischer Carbonsäuren in nichtwäßrigen Lösungen haben N. VAN MEURS und E. A. M. F. DAHMEN¹ systematisch ausgeführt und dabei vor allem den Einfluß folgender Größen auf die Gestalt der Titrationskurven studiert: Abstand der Carboxylgruppen, Solvation und Dielektrizitätskonstante des Lösungsmittels, Größe des Kations der verwendeten Base und Temperatur. Als Basen dienten Tetramethyl- und Tetrabutylammoniumhydroxyd in Methanol-Benzol 1:1 für die 0,3 n und 1:3 oder 1:4 für die 0,1 n Lösung der Base, ferner Diäthylamin und Piperidin (0,2 n) in Methanol sowie Lithium- oder Kalium-methylat (0,1 n) in Methanol. Titriert wird in der früher angegebenen Versuchsanordnung², die durch einen Oscillographen als Nullpunkt-indicator in der Brücke erweitert ist, um eine Genauigkeit von im ungünstigsten Falle 1% sicher zu stellen. — Die Untersuchung der Einflüsse auf die Form der Titrationskurven erstreckt sich auf die Titration von *Oxalsäure*, *Malonsäure*, *Bernsteinsäure*, *Glutarsäure*, *Adipinsäure* und *Sebacinsäure* in Pyridin, ebenso von *Malein-* und *Fumarsäure*, von *Phthalsäure* und *Isophthalsäure*. Titriert wird auch *Malonsäure* im Gemisch Dimethylformamid-Benzol (3:1) bis (1:3), *Bernsteinsäure* im Gemisch Methanol-Benzol (1:1) und (1:2) mit Kaliummethylat, ferner *Bernsteinsäure*, *Isophthalsäure* und *Adipinsäure* bei verschiedenen Temperaturen und *Fumarsäure*, *Adipinsäure* und *Isophthalsäure* im Pyridin-Benzol-Gemisch (5:1). Die Versuche liefern Kurven mit besten Schnittwinkeln, wenn bei niedriger DK und geringer Solvatationskraft des Lösungsmittels mit Tetrabutylammoniumhydroxyd titriert wird.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) 21, 10–16 (1959). Koninkl. Shell-Laborat. Amsterdam (Niederlande). — ² VAN MEURS, A., u. E. A. M. F. DAHMEN: Anal. chim. Acta (Amsterdam) 19, 64 (1958); vgl. diese Z. 166, 127 (1959). K. CRUSE

Über die quantitative Bestimmung trans-ungesättigter Fettsäuren in Gemischen mit cis-isomeren und gesättigten Verbindungen berichten H. P. KAUFMANN, F. VOLBERT und G. MANKEL¹ im Zuge ihrer Untersuchungen zur Anwendung der Infrarotspektrographie auf dem Fettgebiet. Trans-ungesättigte Verbindungen können an einer charakteristischen Absorptionsbande bei $10,3\mu$ (CH-Deformationsschwingung) erkannt werden, während cis-Verbindungen in diesem Bereich nicht absorbieren. Zur quantitativen Auswertung dieser Banden werden mehrere in der Literatur beschriebene Methoden an Hand von bekannten Fettsäuren bzw. deren Bariumsalzen und Estern überprüft. Die Untersuchungsergebnisse an mono-ungesättigten Verbindungen und künstlichen und natürlichen Gemischen geben an, in welchem Bereich die einzelnen Verfahren praktisch ausgewertet werden können. Die Bestimmungen des trans-Gehaltes in Fetten zeigen, daß durch die Glyceridstruktur in einem Fett oder Öl ein trans-Gehalt in zum Teil beachtlicher Menge vorgetauscht werden kann.

¹ Fette u. Seifen 61, 643–651 (1959).

H. GARSCHAGEN

Die UV-spektralanalytische Bestimmung von Linol- und Linolensäure nach Isomerisierung untersucht C. FRANZKE¹. Verf. gibt standardisierte Optimalbedingungen an. Die Isomerisierung wird in Anlehnung an die klassische Methode von J. H. MITCHELL, H. R. KRAYBILL und F. B. ZSCHEILE² wie folgt durchgeführt:

Bestimmung verwendet. Man bestimmt die Extinktion beim Absorptionsmaximum 258 nm und zur Berücksichtigung der Untergrundabsorption auch die Extinktionen bei den Wellenlängen 252 und 264 nm in einer Quarzküvette von solcher Länge, daß die Extinktionen zwischen 0,2 und 0,8 liegen. Zur Bestimmung des Blindwertes dient eine Mischung aus 11 ml Wasser, 0,5 ml 4 n Schwefelsäure, die mit Methanol auf 100 ml aufgefüllt ist. Dann berechnet man $D_{258} = E_{258} - \frac{1}{2} (E_{252} + E_{264})$, wo E die Extinktion bei den angegebenen Wellenlängen ist. Die Konzentration c an Sorbinsäure in der methanolischen Lösung in Gramm/Liter ergibt sich dann zu: $c = D_{258}/L \cdot 16,5$ oder $c = E_{258}/L \cdot 241$, wo L die Küvettenlänge in Zentimetern ist. Der $\%$ -Gehalt der Probe an Sorbinsäure errechnet sich zu $p = 0,1 (100 - a)c/a$, wo a die Einwaage ist.

¹ Chem. Weekbl. **55**, 521—525 (1959). [Holländisch]. Reichsuntersuchungsstation f. Molkereiprodukte, Leiden (Holland). L. ACKER

Die Aromastoffe von Brot untersuchen M. ROTHE und B. THOMAS¹. Sie finden, daß das Aroma hauptsächlich von den beim Backprozeß durch Maillard-Reaktion entstehenden Aldehyden beeinflusst wird. An zahlreichen Brotsorten weisen sie eine eindeutige Beziehung zwischen Aroma und Aldehydgehalt nach. Für den Bildungsmechanismus der Aldehyde (Furfurol und Aminosäurealdehyde) werden mögliche Reaktionsschemen angegeben. Die Aminosäurealdehyde haben eine größere Bedeutung für den Geschmack des Brotes. — Für die *Bestimmung der gesamten im Brot vorhandenen flüchtigen Aldehyde* wurden diese bei 130° C im Stickstoffstrom ausgetrieben, in Wasser absorbiert und nach Umsetzung mit wäßriger, salzsaurer Dinitrophenylhydrazinlösung nephelometrisch ermittelt². — Für die gesonderte *Bestimmung von Furfurol und Aminosäurealdehyden* wurde die Tatsache ausgenutzt, daß das Dinitrophenylhydrazon des Furfurols in wäßrigem Alkohol wesentlich schwerer löslich ist als die Hydrazone der anderen Aldehyde. Es wurden zunächst alle Aldehyde gemeinsam durch Wasserdampfdestillation isoliert, mit salzsaurer Dinitrophenylhydrazinlösung umgesetzt und in Tetrachlorkohlenstoff aufgenommen. Nach Verdampfen des Lösungsmittels wurde in wenig Methylacetat gelöst, mit Alkohol verdünnt und Furfurolhydrazon durch Zusatz von Wasser gefällt. Die Lösung der Fällung und das Filtrat wurden gesondert colorimetrisch ausgewertet. Für die Aminosäurealdehyde wurde auf eine Eichkurve bezogen, die mit Isovaleraldehyddinitrophenylhydrazon aufgestellt wurde. — Mit der Backzeit steigt die Aldehydkonzentration im Brot an. Außerdem verschiebt sich die Aldehydzusammensetzung zugunsten der schwerer flüchtigen Aldehyde (Furfurol). Die Kruste von Roggenbrot hat eine etwa doppelt so hohe Aldehydkonzentration wie die Krume. Bei Vollkornbrot ist der Unterschied geringer. Bei der Lagerung von Brot diffundieren 1. die Aldehyde entsprechend dem Konzentrationsgefälle in die Krume, 2. werden die Aldehyde in der Krume durch Oxydation abgebaut. Bei Roggenbrot überwiegt wegen des großen Konzentrationsgefälles der 1. Effekt, der Aldehydgehalt der Krume steigt an. Bei Vollkornbrot dagegen nimmt die Konzentration bei Lagerung ab.

¹ Nahrung **3**, 1—17 (1959). Inst. Ernähr., Potsdam-Rehbrücke, Akad. Wiss. Berlin. — ² THOMAS, B., u. M. ROTHE: Ernährungsforsch. **2**, 427 (1957).

MARGOT ZIMMERMANN

Über die Verteilung der Essigsäure im Garbad von Marinaden und die Bestimmung der Säure mittels Wasserdampfdestillation berichtet V. MEYER¹. Die bisherige Analytik der Essigsäurebestimmung in Marinaden wird einer Kritik unterzogen und gezeigt, daß bei gewöhnlichen Titrationen die Werte durch die puffernde Wirkung von Eiweiß und Eiweißabbaustoffen zu hoch liegen. Einwandfreie Analysenwerte werden durch Übertreiben der Essigsäure mittels Wasserdampfdestillation und

anschließender Titration erhalten. — Im Garbad diffundiert die Essigsäure nicht nur in das Gewebswasser, sondern auch in das Eiweiß. Es werden Formeln aufgestellt, mit denen es möglich ist, die für das Garbad erforderlichen Essigsäuremengen im voraus zu berechnen. Theoretische Berechnungen an Hand dieser Formeln zeigen die Fehlerbreiten auf, die durch unterschiedlichen Wassergehalt in der Rohware bzw. unterschiedlichen Schwund beim Garmacheprozess entstehen.

¹ Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. **55**, 193—197 (1959). Inst. Meeresforsch. Bremerhaven.
H. GARSCHAGEN

Bestimmung von Salz in Käse. G. J. SILVERMAN, A. G. WOLIN und F. V. KOSIKOWSKI¹ vereinfachen die Standard-Methode der A.O.A.C. und schlagen folgende *Arbeitsweise* vor: 3 g Käse, 25 ml 0,1 n Silbernitratlösung, 10 ml Salpetersäure und 50 ml Wasser werden gekocht und dabei 3mal mit je 5 ml 5% iger Kaliumpermanganatlösung versetzt. Nach dem Abkühlen auf Zimmertemperatur werden mit Pipetten 2 ml Nitrobenzol und 2 ml Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung hinzugefügt, das ganze in einer Flasche geschüttelt und direkt mit 0,1 n Kaliumthiocyanatlösung bis zum ziegelroten Endpunkt titriert.

¹ J. Dairy Sci. **42**, 1095—1096 (1959). Cornell Univ., Ithaca, New York (USA).
JOHANNA SEPP

Zur Fettbestimmung in Mayonnaise haben W. DIEMAIR und M. SALVISBERG¹ 7 Extraktionsmethoden miteinander verglichen: Extraktion mit Äther bzw. Petroläther im Soxhlet-Apparat, Extraktion mit Äther bzw. Petroläther nach Säureaufschluß und Trocknen des Rückstandes, Extraktion im Perforator mit Äther nach Aufschlämmen der Probe in Wasser, Extraktion mit Alkohol-Benzol (1:1) nach HADORN und JUNGKUNZ², vereinfachte Extraktion mit Alkohol-Benzol. Die in ein und demselben Material gefundenen Lipoidgehalte lagen zwischen 84,16 und 85,56%. Die höchsten Werte liefert das Verfahren nach HADORN und JUNGKUNZ, das zugleich die geringste Standardabweichung ($\pm 0,17\%$) abs. zeigt. Außerdem werden bei diesem Verfahren die höchsten Gehalte an Lipoid-Phosphor erhalten. Für die Trocknung der Fettrückstände wird 1stündige Trocknung im Vakuum bei 50°C empfohlen. Bei der Trocknung bei 105°C oder 120°C traten Gewichtszunahmen durch Oxydation ein.

¹ Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **110**, 366—371 (1959). Univ.-Inst. Lebensmittelchem., Frankfurt/M. u. Fa. Thomi & Franck A.G., Basel. — ² Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **93**, 277 (1951); vgl. diese Z. **136**, 155 (1952).
L. ACKER

Der Nachweis von pflanzlichen Verdickungsmitteln und von Polyphosphaten, speziell in Mayonnaisen, den A. BLUMENTHAL¹ angibt, gründet sich auf die Verfahren von A. FOUASSIN² (Verdickungsmittel) und von K. GASSNER und G. ENDER³ (Polyphosphate). — *Arbeitsvorschrift.* 15 g Mayonnaise werden in einem 300 ml-Becherglas in 30 ml Milch (zur besseren Filtration) suspendiert. Nach Zugabe von 100 ml Äther rührt man einige Minuten gut um. Nach Trennung der Schichten (notfalls zentrifugieren) wird die obere Schicht abgehebert und verworfen. Die wäßrige Phase wird zur Vertreibung des Äthers auf dem Wasserbad erwärmt, nach Erkalten mit 45 ml Luff-Schoorl-Reagens und langsam mit 25 ml Eisessig versetzt. Das Reagens stellt man her, indem man zu 25 g Kupfersulfat in 100 ml Wasser vorsichtig eine Lösung von 50 g Citronensäure in 50 ml Wasser gießt, 388 g krist. Natriumcarbonat in 400 ml heißem Wasser gelöst zufügt und auf 1 l auffüllt. Nach wenigen Minuten filtriert man durch ein angefeuchtetes Faltenfilter unter Rückgießen der ersten 5—10 ml. Die Filtration dauert im allgemeinen sehr lange, so daß sich die Filtration über Nacht empfiehlt. Zum Filtrat fügt man das gleiche Volumen konz. Salzsäure und das doppelte Volumen 96%igen Alkohols. Nach

Umrühren läßt man mindestens 15 min im kalten Wasserbad stehen. Der Niederschlag setzt sich zusammen aus Mineralstoffen und etwa vorhandenen Verdickungsmitteln. Nach Zentrifugieren gießt man die überstehende Flüssigkeit ab und dekantiert 3—4 mal mit 50%igem Alkohol. Bei Abwesenheit von Verdickungsmitteln löst sich dabei der Niederschlag. Verbleibt aber ein flockiger Niederschlag, so gießt man, eventuell nach Zentrifugieren, den Alkohol ab und trocknet den Rückstand im Trockenschrank. Dann gibt man 1—2 ml 60%ige Schwefelsäure und 0,2 ml Anthronreagens (2 g Anthron in 100 ml Essigester) zu und stellt das Zentrifugenglas 5 min lang in ein siedendes Wasserbad. Bei Anwesenheit von Verdickungsmitteln nimmt die Lösung eine tiefblaue bis schmutziggriinblaue Farbe an. Die Blindprobe ist rötlich braun. Die einzelnen Verdickungsmittel geben unterschiedliche Farbtöne. *Alginate* geben als einzige eine tiefbraune Farbe. Zur genauen Identifizierung wird das Verfahren von H. SULSER⁴ vorgeschlagen. Auf *Methylcellulose* muß besonders geprüft werden, da sie mit 50%igem Alkohol nicht ausfällt. 10 g Mayonnaise emulgiert man in 20 ml Wasser, fügt unter Rühren 2 ml 30%ige Trichloressigsäure hinzu und filtriert durch ein angefeuchtetes Faltenfilter. Entsteht beim Erhitzen zum Siedepunkt eine Trübung, die beim Erkalten wieder verschwindet, so liegt Methylcellulose vor. — Der papierchromatographische Nachweis der Polyphosphate wird wie bei³ vorgenommen. Als Fließmittel dient das erste saure Lösungsmittel.

¹ Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) 50, 137—144 (1959). Chem. Lab., Stadt Zürich (Schweiz.). — ² Rev. Fermentat. Ind. aliment. 12, 169 (1957). —

³ Deutsch. Lebensmittel-Rdsch. 53, 228 (1957); vgl. diese Z. 162, 451 (1958). —

⁴ Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) 48, 19 (1957). L. ACKER

Über Erfahrungen mit der Filtrierpapiermethode zur Schnellprüfung von Konservierungsmitteln gegen Schimmelpilze, die von K. RAIBLE¹ entwickelt worden ist, berichtet H. J. REHM². Danach eignet sich die Methode sehr gut zur Bestimmung der Grenzhemmkonzentration der Konservierungsmittel für verschiedene Pilzarten und auch bei Verwendung verschiedener Nährlösungen. Bei Kombinationsversuchen von Konservierungsmitteln werden nur starke synergistische oder antagonistische Effekte erfaßt. Bei der Untersuchung von Mischkulturen erhält man wegen der dort vorliegenden, sehr komplizierten Mechanismen völlig andere Ergebnisse als mit der Flüssigkeitsmethode.

¹ RAIBLE, K.: Z. Lebensmittel-Unters. u. Forsch. 107, 501 (1958). — ² Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. 110, 375—381 (1959). Dtsch. Forsch.-Anst. Lebensmittelchem., München.

URSULA BAUMANN

3. Analysenmethoden auf dem Gebiete der Pharmazie

Die radiometrische Kaliumbestimmung, welche auf der Messung der Aktivität des zu 0,0119% im natürlichen Isotopengemisch vorkommenden ⁴⁰K beruht, haben J. TÖLGYESSY, M. ŠARŠŮNOVÁ und J. MAJER¹ auf die *Kaliumbestimmung in pharmazeutischen Präparaten* angewandt. Die Verf. weisen darauf hin, daß nur mit großen Einwaagen gearbeitet werden kann und daß diese Bestimmungsmethode die gleiche Genauigkeit wie die gravimetrische Bestimmung liefert.

¹ Pharmazie 14, 524—526 (1959). Bratislava (ČSR).

KLAUS BRODERSEN

Zur Analyse von barbitursäuren Salzen in verschiedenen Dosierungsformen durch ein Austauschharz und nichtwäßrige Titration wenden M. C. VINCENT und M. I. BLAKE¹ folgende *Arbeitsweise* an: Für reine Barbiturate werden etwa 100 mg (genau gewogen) in 20—25 ml Dimethylformamid gelöst und die Lösung durch eine Harzsäule (Amberlite IRC-50)² geschickt. Es wird weiter Dimethylformamid

hinzugefügt bis das Eluat auf 50 ml angewachsen ist. Die Flüssigkeit wird mit 0,1 n Natriummethylatlösung³ in Benzol-Methanol gegen Azoviolett als Indicator (gesätt. Lösung in Benzol) bis zur bleibenden blauen Farbe titriert. Bei jeder Serie von 5 Bestimmungen ist ein Blindversuch durchzuführen. Es werden auch potentiometrische Titrationsen mit einem Fisher-Titrimeter (Kalomel- und Glaselektrode) ausgeführt. Dabei wird festgestellt, daß der Endpunkt der ersten bleibenden Blaufärbung des Indicators entspricht. Bei der Untersuchung von Ampullen, Kapseln, Tabletten oder Suppositorien werden auch jeweils Probenmengen entsprechend 100 mg Barbiturat, gelöst in Dimethylformamid und falls erforderlich filtriert, angewendet. — Die angeführten Bestimmungen weisen Fehler von 0,02–2,8% auf.

¹ J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. 48, 359–360 (1959). Agric. Coll., Fargo, N. D. (USA). — ² VINCENT, M. C., u. M. J. BLAKE: Drug Standards 26, 206 (1958). —

³ BLAKE, M. J.: J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. 46, 287 (1957); vgl. diese Z. 160, 313 (1958).

JOHANNA SEPP

Zur Bestimmung von Rotenon in pharmazeutischen Präparaten geben J. T. BRYAN und W. R. LINCOLN¹ folgende *Arbeitsvorschrift* an: Eine genau abgewogene Probenmenge mit etwa 1 mg Rotenon wird in einem 60 ml-Scheidetrichter mit Wasser zu 5 ml gelöst. Nach Zusatz von 10 ml Chloroform wird einige Minuten geschüttelt. Die Chloroformlösung wird abgetrennt und durch Glaswolle in einen 100 ml-Meßkolben filtriert. Die Extraktion wird 3mal wiederholt, und die vereinigten Extrakte werden aufgefüllt. Mit etwas getrocknetem Natriumsulfat läßt man 1 Std stehen. 10 ml des Chloroformextraktes werden in einem mit Glasstopfen versehenen 25 ml-Erlenmeyer-Kölbchen zur Trockne gebracht und im Vakuum-exsiccator mindestens 1 Std über Calciumchlorid getrocknet. Den Rückstand löst man in 2 ml Aceton. Man stellt das Kölbchen 5 min in ein Wasserbad von $28^{\circ} \pm 0,5^{\circ} \text{C}$ und fügt 2 ml alkalische Natriumnitritlösung zu (1 Teil 40%ige Kalilauge wird mit 7 Teilen einer Lösung gemischt, die aus 1 g NaNO_2 + 10 ml Wasser in 95%igem Alkohol zu 1 l hergestellt wird). Nach 5 min werden die Flaschen 1 min in Eis gekühlt, und schnell mit 5 ml 9 n Schwefelsäure aus einer Pipette versetzt. Man schüttelt bis zur Lösung des Niederschlages, stellt zur Farbentwicklung 5 min in das Wasserbad von $28^{\circ} \pm 0,5^{\circ} \text{C}$ und mißt die Absorption der roten Lösung nach 15 min im Beckman-Spektrophotometer, Modell B, mit 1 cm-Zellen bei 545 nm. Trübe Lösungen können vor der Messung durch ein Whatman-Filter Nr. 5 filtriert werden. Eine Standardprobe mit 100 μg Rotenon und eine Blindprobe (2 ml Aceton) werden in gleicher Weise behandelt. Den Gehalt der Probe an Rotenon in Milligramm/Milliliter berechnet man nach $(Ax/A_{st}) \cdot (St/d)$; dabei bedeuten Ax = Absorption der Probe, A_{st} = Absorption der Standardprobe, St = Gehalt des Standards an Rotenon (Milligramm) und d = Verdünnung der Probe. Die Standardabweichung beträgt bei einem Gehalt von etwa 1 mg/ml $\pm 0,02$ mg.

¹ J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. 48, 330–332 (1959). Upjohn Co., Kalamazoo, Mich. (USA).

JOHANNA SEPP

Für 21 Sulfaverbindungen gibt H. M. ROMIJN¹ in einer Tabelle die Farbe und Art der Kristallbildungen mit Kupferacetat in Gegenwart von Methylamin, Propylamin, Äthylendiamin und Ammoniak an. In einigen Fällen werden auch Bariumacetat und Kobaltacetat verwendet. Für kristallisierte Verbindungen sind Mikrophotogramme in der Vergrößerung 1:50 beigelegt. An den Bildern sind die verschiedenen möglichen Kristallformen einiger Sulfaverbindungen zu erkennen.

¹ Pharmac. Weekbl. 94, 617–622 (1959) [Holländisch].

B. ROSSMANN

Aspirin, Salicylamid, Phenacetin, Pyramidon und Coffein trennt H.A. MOTTA-DE-MANANA¹ papierchromatographisch auf WhatmanPapier Nr.1 und Schl. & Sch. 2043b bei 20° C. Als Laufmittel werden benutzt: 1. Wasser-Eisessig (99:1), Wasser-Ammoniak (99:1) und Wasser-Glykol (99:1). 20–30 µg der Substanzen werden als 1%ige Lösungen in 95%igem Alkohol oder Chloroform (Aspirin), Aceton (Salicylamid), Alkohol (Phenacetin und Pyramidon) und Chloroform (Coffein) aufgegeben. Die Papierchromatogramme werden 3 Std entwickelt. Zur Identifikation werden 10%ige FeCl₃-Lösung, 10%ige Phosphormolybdatlösung, Millonsches Reagens, Dragendroff-Reagens, Jodwasserstofflösung und 10%iges Ammoniak kombiniert verwendet (Tabellen im Original). R_F-Werte für beide Papiersorten und alle drei Laufmittel sind angegeben.

¹ Rev. farmacéutica **101**, 63–69 (1958). Fac. Ciencias Med., Buenos Aires (Argentinien).
IRMGARD PFITZER

Die spektrophotometrische Bestimmung von Camphersäure(I) gründet E. MAGGIORELLI¹ auf ihre Reaktion mit Dinitrophenylhydrazin und die Absorptionsmessung des Hydrazons in 0,25 n Kalilauge bei 435 oder 534 mµ. — *Arbeitsweise.* Zur Aufstellung der Eichkurve bereitet man vier Lösungen von 0,5; 1; 1,5 und 2 mg I je 1 ml 0,08 n Natronlauge. Von diesen Lösungen mißt man mittels Mikrobürette je 1 ml in 2 ml-Reagensgläser. In ein anderes Reagensglas gibt man nur 1 ml 0,08 n Natronlauge als Vergleichslösung. Zu allen Proben fügt man 1 ml einer Lösung von 0,15 g Dinitrophenylhydrazin in 4 ml auf 100 ml verdünnte 50%ige Schwefelsäure, schmelzt die Reagensgläser zu und erwärmt sie genau 2 Std im siedenden Wasserbad. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur zerdrückt man die Gläser im Mörser und überführt den Inhalt mit 3 · 20 ml alkoholischer 0,25 n Kalilauge quantitativ in 100 ml-Meßkolben. Man schüttelt die Kolben einige Minuten energisch und läßt sie dann 10 min stehen. Hierauf füllt man sie mit der alkoholischen Lauge zur Marke auf, schüttelt und filtriert einen Teil ihres Inhalts durch ein trockenes Filter. Das Dinitrophenylhydrazin der Kontrollösung färbt sich mit alkoholischer Kalilauge intensiv braun und anschließend hellgelb. Die Dinitrophenylhydrazonlösungen zeigen zuerst Braunfärbung des Hydrazins, dann aber Orange- bis Rotfärbung, je nach I-Menge. Man muß 1 Std nach Bereitung der Lösungen spektrophotometrieren. — Aus I in Substanz oder in pharmazeutischen Präparaten stellt man zuerst Lösungen mit 0,08 n Natronlauge her, etwa 1,5 mg I/ml, und verfährt mit 1 ml wie beschrieben. Die gesuchte I-Menge liest man an der Eichkurve ab. Sie ist für beide Wellenlängen linear. Hydrazone liefernde Verbindungen stören. Die genauesten Resultate erhält man durch Spektrophotometrieren bei 534 mµ.

¹ Boll. chim. farmac. **98**, 323–326 (1959). Inst. Chim. Farmac. Milit., Florenz (Italien).
H. FREYTAG

Über die Radiochromatographie des Isoniacids und seiner Metaboliten berichten W. DILLER, E. KRÜGER-THIEMER und E. WEMPE¹. Verff. empfehlen die folgenden 3 Laufmittel für Routineuntersuchungen: 1. Isopropanol-25%iges Ammoniak (85:15); 2. Isopropanol-Wasser (85:15); 3. Isopropanol-Ameisensäure-Wasser (80:10:10). Mit diesen 3 Laufmitteln wurden die R_F-Werte von 15 Isoniazid-Derivaten nach dem absteigenden Verfahren ermittelt. Zur Identifizierung der nicht radioaktiven Substanzflecke auf den Papierchromatogrammen wurden nach der Markierung der Flecke im Ultraviolettlicht (254 nm), in dem die Substanzen, die diese Strahlung absorbieren, als Schatten oder durch farbige Fluoreszenz erkennbar sind, einige neu entwickelte Sprühteste verwendet. Es handelt sich dabei hauptsächlich um den Ferroat-Sprühtest und den Silbernitrat-Ammoniak-Sprühtest. Das Reagens für den Ferroat-Sprühtest wird bereitet, indem man 25 g Nitroprussidnatrium mit 75 ml konz. Ammoniak übergießt und unter Eiskühlung 24 Std stehen

läßt. Nach Verdünnen mit abs. Äthanol scheidet sich das Reagens ab. Isonicotinsäurederivate mit freiem Pyridinstickstoff geben mit diesem Reagens auf dem Papier orangefarbene Flecke, außer Isoniazid (orange), Isonicotinsäure (gelb), N-Isonicotinoylglycin (gelborange) und Vanillin-isoniazid (gelb); Acetylhydrazin gibt eine rotviolette Färbung. Der *Silbernitrat-Ammoniak-Sprühtest* dient zum Nachweis von N,N'-Diisonicotinoylhydrazin und N-Isonicotinoyl-N'-acetylhydrazin; das erstgenannte gibt mit neutraler AgNO_3 -Lösung eine intensive Gelbfärbung, die nach Aufsprühen von Ammoniak bestehen bleibt, während die zweite Substanz erst einige Minuten nach dem Aufsprühen des Ammoniaks eine schwache Gelbfärbung ergibt. — Für die *Radiopapierchromatographie* verwenden die Autoren das Schl. & Sch.-Papier Nr. 2043a mit einem Flächengewicht von etwa 9 mg/cm^2 . Durch Bestimmung des Laufweges im Ultraviolettlicht oder durch Querprofilmessungen mit einem besonderen Meßwagen an der Aktivitätsbahn wird ihre Lage in dem 55 mm breiten Chromatogrammbereich festgelegt. Zur Aktivitätsmessung dienen 2 parallel geschaltete Geiger-Müller-Glockenzählrohre oberhalb und unterhalb des Chromatogrammbereichs von 2 Spalten von 3 mm Breite. Die Registrierung der Verteilung der Aktivitätskonzentration im Radiopapierchromatogrammbereich erfolgt über die 2 Glockenzählrohre, ein Strahlungsmeßgerät mit Mittelwertanzeige und einen Linienschreiber. Für eine Aktivitätsmenge in der Größenordnung von 50 Nanocurie je Chromatogramm wurde eine Transport- und Registriergeschwindigkeit von 2 mm/min und eine Zeitkonstante von $0,5 \text{ min}$ für die Dämpfung der statistischen Impulsfolge gewählt. Eine Abbildung im Original zeigt 3 Meßkurven, die die unterschiedliche Gruppierung einzelner Isoniazidderivate nach der Chromatographie mit den 3 verschiedenen Laufmitteln erkennen lassen.

¹ Arzneimittel-Forsch. 9, 432—439 (1959). Allg. Krankenhaus Hamburg-Langenhorn und Tuberkulose-Forschg.inst. Borstel (b. Bad Oldesloe).

JOHANNA SEPP

Über die spektrophotometrische Bestimmung von Diäthylstilboestrol und des Dipropionsäureesters in Öllösungen und Salben berichten G. DUŠINSKÝ und J. RUŽIČKOVÁ¹. Es handelt sich um eine Modifikation der Methode von J. M. GOOD-YEAR, L. S. HATFIELD und M. M. MARSH². In $0,1 \text{ n}$ bis $2,0 \text{ n}$ Natronlauge beträgt λ_{max} für Diäthylstilboestrol 258 nm , und der spezifische Extinktionswert $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ bleibt hier in $0,1 \text{ n}$ bis $1,0 \text{ n}$ Natronlauge konstant 531. Der molare Extinktionskoeffizient ϵ ist 1430. — *Ausführung.* $1,0 \text{ ml}$ Öllösung, die $2,5$ — $15,0 \text{ mg}$ Dipropionat enthält, löst man in $10,0 \text{ ml}$ Äther-Alkohol (1:1). Äquivalente Mengen mit 200 bis $600 \mu\text{g}$ Ester gibt man in einen 100 ml -Rundkolben, setzt 15 ml Äthanol, 2 ml Äther, sowie $0,1 \text{ ml}$ konz. Schwefelsäure hinzu und hydrolysiert 2 Std am Rückflußkühler. Nach Abkühlen spült man mit 50 ml Äther in einen Scheidetrichter und schüttelt 4mal mit je 10 ml $0,5 \text{ n}$ Natronlauge aus. Die wäßrige Phase füllt man mit $0,5 \text{ n}$ Natronlauge im Meßkölbehen auf 50 ml auf und mißt die Extinktion in der 1 cm -Küvette bei 258 nm gegen $0,5 \text{ n}$ Natronlauge, die mit der gleichen Menge Äther ausgeschüttelt wurde. Die Werte entnimmt man einer Eichkurve aus Standardlösungen des Esters, die wie oben behandelt werden. Ein 5facher Überschuß von α -Tocopherolacetat in der Öllösung stört nicht. — Salben, die das freie Diäthylstilboestrol enthalten, schüttelt man aus ihrer Ätherlösung direkt mit $0,5 \text{ n}$ Natronlauge aus: $1,0 \text{ g}$ Salbe löst man in 50 ml Äther, schüttelt aus und verfährt weiter wie oben. Die Genauigkeit beträgt $\pm 1\%$.

¹ Pharmazie 14, 261—263 (1959). Staatl. Inst. Arzneimittelkontrolle, Bratislava (ČSR). — ² J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. 43, 605 (1954); vgl. diese Z. 148, 455 (1955/56).

E. MÜLLER, Würzburg

Zur polarographischen Bestimmung von Mikromengen Carvon in Pflanzenteilen in Mengen zwischen 0,1–1 mg haben G. BROCKELT und R. POHLOUDEK-FABINI¹ folgende *Arbeitsvorschrift* entwickelt: Eine genau abgewogene Menge Pflanzenmaterial (5–50 mg *Dillfrüchte*), die etwa 0,1–1,0 mg Carvon enthalten soll, wird mit 0,5–1 g Seesand und etwa 2 ml Petroläther in einem kleinen Mörser fein zerrieben und schließlich unter Nachspülen mit weiteren 3 ml Petroläther quantitativ in ein kleines Schliffkölbchen übergeführt. Man läßt unter häufigem Umschwenken 2 Std stehen, gießt die überstehende Petrolätherphase in einen graduierten 20 ml-Meßzylinder mit eingeschlifftem Glasstopfen, extrahiert den Rückstand durch Umschwenken jeweils 5 min noch 2 mal mit je 3 ml Petroläther und füllt die im Meßzylinder vereinigten Extrakte mit Petroläther zu 11 ml auf. Von dieser Lösung werden 5 ml abgenommen und auf eine etwa 1 cm hoch mit Kieselsäure gefüllte Jenaer Mikro-Nutsche 12 G 3 gebracht. Man legt ein schwaches Vakuum an, damit die Petrolätherlösung nur langsam abfließt und spült mit Petroläther nach. Zur Elution des Carvons wird die Kieselsäure-Säule mit 2,5 ml Äthanol beschickt, der Alkohol langsam abgesaugt und das Eluat in einem 5 ml fassenden Meßzylinder aufgefangen. Sobald genau 2,5 ml Eluat angefallen sind, wird dieses abgenommen, mit 2,5 ml Grundlösung (20 ml 1 n LiCl-Lösung + 20 ml 1 n LiOH-Lösung + 60 ml Wasser) versetzt und nach Einbringen des Gemisches in die Zelle sowie Entlüften mit Wasserstoff oder Stickstoff der polarographischen Analyse unterworfen. Es empfiehlt sich die Aufnahme des Polarogramms von –1,2 V ab. Die Stufe ist zwischen –1,65 V bis –1,85 V zu beobachten. — Weitere 5 ml werden mit einem Eichzusatz einer Standardlösung (0,1% Carvon in Petroläther) ebenso behandelt. Die Menge Eichzusatz ist zweckmäßig so hoch zu wählen, daß die nach der polarographischen Aufnahme erhaltene Stufe etwa um 50–150% höher ist. — Für die polarographische Untersuchung wird der Polarograph LP 55 A „System Heyrovsky“ verwandt. Die maximale Galvanometerempfindlichkeit dieses Gerätes beträgt $2,2 \cdot 10^{-9}$ A/mm bei 105 cm Abstand des Galvanometers von der Photoregistriereinrichtung. Die polarographische Zelle ist mit gesätt. Kalomel-Elektrode als Anode ausgerüstet. Die benutzte Capillare hat folgende Konstanten: $h = 44$ cm, $t = 3,93$ sec, $m = 1,91$ mg/sec, gemessen bei –1,00 V, in 0,1 n LiCl-Lösung in 50%igem Äthanol.

¹ Pharmaz. Zentralhalle Deutschland 98, 499–503 (1959). Univ. Greifswald.

JOHANNA SEPP

Zur chemischen Bestimmung der Senna-Wirkstoffe geht TH. KARTNIG¹ in folgender Weise vor: Etwa 100 mg (genau gewogen) pulverisierte Droge werden in einem 100 ml-Kolben mit 8 ml Eisessig und 1 ml konz. Salzsäure vorsichtig am Rückfluß gekocht. Nach 10 min wird das Sieden unterbrochen und nach Zugabe von 0,2 ml Perhydrol weitere 5 min gekocht. Dann wird mit 30 ml Äther versetzt und wiederum 15 min am Rückfluß bei leichtem Sieden gehalten. Das Äther-Eisessig-Gemisch wird durch einen Wattebausch in einen 300 ml-Schütteltrichter filtriert. Der im Kolben verbliebene Drogenrückstand wird nochmal mit 30 ml Äther 10 min gekocht und der Äther durch denselben Wattebausch filtriert. Dann wird nochmals mit 10 ml Äther gewaschen. Das Äther-Eisessig-Gemisch wird 3 mal im Schütteltrichter mit je 30 ml Wasser gewaschen und die Lösung mit reinem Äther bis zur Marke aufgefüllt. 10 ml dieser Lösung werden in die mit 3 g Magnesiumsulfat und darüber mit 1 g getrockneter Kieselgur trocken gefüllte, mit einem Glasstab festgestopfte und mit reinem Äther angefeuchtete Säule gebracht. Sie ragt mit ihrem unteren Ende in die mit 4 g Natriumhydrogencarbonat in etwa 6 bis 8 Portionen beschickte, eingestampfte und ebenfalls mit Äther angefeuchtete Säule II. Um den Durchlauf der Reinigungssäule zu beschleunigen, kann darin mit einem Druckball ein leichter Überdruck erzeugt werden. Nach Durchlaufen der

Ätherlösung wird 3 mal mit je 5 ml Äther nachgewaschen. Dann wird die Hydrogencarbonatsäule zum Entfernen des restlichen Äthers einer Wasserstrahlpumpe angeschlossen. Der Inhalt der Säule wird sodann durch leichtes Klopfen am Glasrohr in einen 100 ml-Erlenmeyer-Kolben gebracht. Man löst in 20 ml 4%iger Natronlauge, der 2% 25%iges Ammoniak zugesetzt sind. Die Hydrogencarbonat-Laugelösung wird 4 min in einem kochenden Wasserbad unter anfänglich häufigem Schütteln erhitzt. Hierauf kühlt man unter fließendem Wasser ab und mißt die Extinktion der roten Lösung bei 500 nm. — Der Durchlauf beider Säulen (etwa 25 ml Äther) wird zur Bestimmung der *nichtsauren Emodine* mit 20 ml Natronlauge Ammoniak-Gemisch extrahiert. Nach 4 min Erhitzen im kochenden Wasserbad wird der Extrakt wie oben colorimetriert.

¹ Pharmaz. Zentralhalle Deutschland 98, 495—499 (1959). Univ. Graz (Österreich).
JOHANNA SEPP

4. Analyse von biologischem Material

Für die Aciditätsbestimmung des Magensaftes sind nach W. OSTEN¹ bei Hyperacidität ($pH < 1,3$) die Titrationsverfahren vorteilhafter, während bei Hypo- und Anacidität ($pH > 2$) die pH -Metrie vorgezogen werden sollte. Für die Bewertung wird weiterhin die Angabe von umgerechneten Aciditätsgraden empfohlen.

¹ Röntgen- u. Lab.-Praxis 12, L 163—L 164 (1959). Rudolf Virchow-Krankenhaus Berlin.
MARGOT ZIMMERMANN

Die Bestimmung von Sulfisoxalol und Sulfadimethoxin in Blut und Serum. Während im allgemeinen die Sulfonamide im Trichloressigsäurefiltrat von Blut und Serum zu 87,5—92,9% wiedergefunden werden, findet man bei Sulfisoxalol und Sulfadimethoxin nur 73,2 bzw. 74,3% wieder. Das liegt daran, daß diese beiden Sulfonamide in starkem Maße von dem ausgefällten Protein adsorbiert werden. H. L. ROSENTHAL und L. JUD¹ nehmen deshalb an Testproben umfassende Untersuchungen vor, in denen der Grad dieser Adsorption ermittelt wird. Die Ergebnisse werden in Diagrammen übersichtlich dargestellt. In 1:20 verdünnten und mit Trichloressigsäure versetzten Blutproben sind nach 10 min schon 20% Sulfisoxalol und 22% Sulfadimethoxin adsorbiert. Die Werte steigen mit der Zeit an und erreichen im Gleichgewicht einen Endwert von 40—50%. Unter Standardbedingungen werden Korrekturfaktoren ermittelt, die bei der Bestimmung der beiden Sulfonamide nach üblichen Verfahren angewendet werden. Die Absorption hängt weniger von der Protein- als von der Hämoglobinkonzentration ab. Deshalb ist für die Bestimmung des Sulfonamidspiegels die Bestimmung im Serum der im Gesamtblut vorzuziehen. 85% der Gesamtkonzentration der Sulfonamide sind im Serum enthalten.

¹ J. Lab. clin. Med. 54, 461—466 (1959). General Hosp., Rochester, N. Y. (USA).
MARGOT ZIMMERMANN

Steroide. Nach Untersuchungen von P. KABASAKALIAN und J. MCGLOTTEN¹ fallen die polarographischen Reduktionsstufen der Hydroxyl- und Acetoxygruppen von Steroiden in α -Stellung zu einer Carbonylgruppe mit der Reduktionsstufe der Carbonylgruppe weitgehend zusammen ($E_{1/2} \sim 2,4$ V), wie an Polarogrammen von 20 Ketosteroiden in 90%igem Äthanol mit Tetrabutylammoniumchlorid als Leitsalz und Triton X-100 als Maximumunterdrücker gezeigt wird. Nur bei 16-Hydroxy-17-ketosteroiden (oder entsprechenden Acetoxy-Verbindungen) werden 2 Stufen gefunden (bei -2,00 und -2,45 V etwa). Die Halbstufenpotentiale für Monoketosteroide liegen zwischen -2,28 und -2,76 V, für Polyketon bei

wenig positiveren Spannungen. Auch nichtsteroide Ketone lassen sich unter diesen Bedingungen reduzieren, geradkettige am schwersten. Nichtkonjugierte Ketone werden irreversibel und in 2-elektroniger Reaktion reduziert, α -Hydroxygruppen leichter, also vor Carbonylgruppen. Für sämtliche Probesubstanzen wird auch die Diffusionsstromkonstante angegeben, doch sollen Erörterungen über den Zusammenhang mit der Struktur noch mitgeteilt werden. — *Analysenvorschrift*. Eine zur Herstellung einer $1,5 \cdot 10^{-3}$ m Lösung (in 10 ml) ausreichende Probe wird in Äthanol gelöst, mit 0,5 ml 1 m Tetrabutylammoniumchloridlösung, 0,1 ml 0,2% iger Triton-Lösung und 0,4 ml Wasser versetzt und mit Äthanol auf 10 ml aufgefüllt. 20 min wird mit Stickstoff begast, dann polarographiert (Capillarkonstante = $1,811 \text{ mg}^{2/3} \text{ sec}^{-1/2}$ in 0,1 n KCl-Lösung bei offenem Stromkreis). Es wird stets mit Blindproben verglichen.

¹ Analyt. Chemistry **31**, 1091—1094 (1959). Schering Corp., Bloomfield, N. J. (USA). K. CRUSE

Eine Methode zur Bestimmung von Δ^4 -3-Ketosteroidrückständen in einem Δ^1, Δ^4 -3-Ketosteroidgemisch gibt A. A. FORIST¹ an. Bei der Darstellung von Δ^1, Δ^4 -3-Ketosteroiden aus Δ^4 -3-Ketosteroiden muß man kleine Mengen nicht umgesetzter Δ^4 -3-Ketosteroide im Reaktionsprodukt bestimmen können. Es handelt sich hier um eine Modifikation der Thiosemicarbazonmethode, die auf der Beobachtung von L. K. EVANS und A. E. GILLAM² beruht, daß ein Überschuß von Thiosemicarbazid die Bestimmung der Thiosemicarbazone von α - β -ungesättigten Ketonen nicht stört. — *Ausführung*. Etwa 25 mg der zu prüfenden Δ^1, Δ^4 -3-Ketosteroide löst man in einem 50 ml-Meßkolben in 95% igem Äthanol und füllt damit zur Marke auf. 5 ml dieser Lösung verdünnt man mit 95% igem Äthanol auf 25 ml, pipettiert 5 ml dieser Verdünnung in ein Normalschliffreagensglas mit Kernschliff und stellt das verschlossene Glas 15—20 min in ein Wasserbad von 25° C. 1 ml Thiosemicarbazidreagenslösung (siehe unten), die ebenfalls bei der Badtemperatur gehalten wurde, fügt man hinzu, mischt, läßt 120 ± 2 min im Wasserbad stehen und mißt die Extinktion bei 302 nm gegen einen Reagensblindansatz. Gleichzeitig laufen 5 ml-Ansätze der Standardlösungen (siehe unten) mit. Man berechnet die Extinktion bei 302 nm/mg Steroid/ml verdünnter Lösung, a , für die Probe und die Standardlösungen. Man trägt a gegen den Prozentgehalt von Δ^4 -3-Ketosteroid in den Standardlösungen auf. Man bestimmt die Neigung m der entsprechenden Geraden und den Schnittpunkt b . Dann ist Prozent Δ^4 -3-Ketosteroid = $(a-b)/m$. — *0,1 m Thiosemicarbazidhydrochloridlösung*. 0,9114 g der Base löst man in 50 ml 0,2 n Salzsäure und füllt mit Wasser auf 100 ml auf, einige Monate haltbar. — *Steroidstandardlösungen*. Von dem in Frage kommenden Δ^1, Δ^4 -3-Ketosteroid stellt man in 95% igem Äthanol eine Lösung von etwa 0,10 mg/ml her. Außerdem setzt man noch Lösungen an, die zusätzlich 1, 2, 3, 4 und 5% des entsprechenden Δ^4 -3-Ketosteroids enthalten.

¹ Analyt. Chemistry **31**, 913—915 (1959). Upjohn Co., Kalamazoo, Mich. (USA). —

² J. chem. Soc. (London) **1943**, 565.

E. MÜLLER, Würzburg

Zum Nachweis von Coumestrol in Leguminosen wird von R. L. LYMAN, E. M. BICKOFF, A. N. BOOTH und A. L. LIVINGSTON¹ ein Verfahren der kombinierten Chromatographie beschrieben. Es soll der biologischen Oestrogenbestimmung am Mäuse-Uterus wegen der größeren Spezifität überlegen sein. — *Arbeitsweise*. 80 g einer getrockneten und zermahlenen Probe des Pflanzenmaterials werden in einem Soxhlet-Apparat 16 Std mit Benzol-Äthanol (2 : 1) extrahiert. Den Rückstand des im Vakuum eingedampften Extraktes extrahiert man mehrere Male mit heißem Aceton (insgesamt 80 ml). 10 ml dieses Extraktes (700—800 mg Trockenrückstand)

bringt man quantitativ in einer Strecke von 40 cm auf einen Bogen (50×50 cm) „schweres Filterpapier“ (Easton-Dikeman Co.) und chromatographiert zusammen mit einer Testprobe aufsteigend in der organischen Phase von Chloroform-Essigsäure-Wasser (2 : 1 : 1). Wegen der starken Schwanzbildung wird vom Start bis zum $R_f = 0,51$ ausgeschnitten, im Soxhlet 5 Std mit Aceton-Methanol (1 : 1) extrahiert und nach dem Eindampfen erneut auf dem Easton-Dikeman-Papier chromatographiert (Essigsäure-Wasser 1 : 1). Nach dem Trocknen sieht man unter der UV-Lampe eine etwa 5 cm breite blaue Fluoreszenz-Zone von $R_f = 0,57$. Diese wird ausgeschnitten, wie oben extrahiert und der Rückstand auf 10 „Phosphoreszenz-Kieselsäure-Chromatostrips“, etwa 1,3 cm breit, (J. M. MILLER und J. G. KIRCHNER²) aufgebracht. Man chromatographiert in Chloroform-Äther (1 : 1) ($R_f = 0,56$). Dieses Chromatostripverfahren wird nacheinander wiederholt in Äthylacetat-Skellysolve B (3 : 1), $R_f = 0,74$, Aceton-Skellysolve B (1 : 3), $R_f = 0,24$, und Äthyläther-Skellysolve B (7 : 3), $R_f = 0,36$. Das Eluat des letzten Chromatogramms enthält weitgehend gereinigtes Coumestrol. Sein UV-Spektrum in Methanol stimmt gut mit dem einer Testsubstanz überein: starkes Maximum bei 343, schwaches bei 303 nm, breites Minimum bei 280–290 nm. — Auf diese Weise konnte Coumestrol in 7 Leguminosenarten qualitativ nachgewiesen werden.

¹ Arch. Biochemistry **80**, 61–67 (1959). Western Regional Res. Lab., Albany, Calif. (USA). — ² Analyt. Chemistry **26**, 2002 (1954). H. PELZER

Zur papierchromatographischen Ermittlung von Cortison, Hydrocortison und Aldosteron in biologischen Flüssigkeiten entwickelten T. DI PERRI, G. RAVENNI und M. RUBEGNI¹ eine neue Methode. 10 cm vom Rande eines 20×25 cm-Streifens Whatman-Papier Nr. 1, der mit der Toluol-n-Octanol-Phase (98:2) gesättigt ist, trägt man einen aliquoten Anteil des Extraktes einer biologischen Flüssigkeit (z. B. Harn) auf, sowie Lösungen von Cortison und Hydrocortison zum Vergleich. Man chromatographiert in der mit den Dämpfen gesätt. Kammer bei $22 \pm 2^\circ\text{C}$ mit Methanol-Wasser (50:50). Nach 5–6 Std Laufzeit stellt man die Flecken im filtrierten UV fest bzw. photographiert sie. Die R_f -Werte betragen 0,33 für Cortison, 0,47 für Aldosteron und 0,56 für Hydrocortison. Da die Trennung noch nicht vollständig ist, eluiert man die einzelnen Flecken mit Äthanol und chromatographiert die Eluate nochmals wie beschrieben, jedoch nach Sättigung mit dem Gemisch Toluol-Petroläther (50:50). Die eingeeengten äthanolischen Lösungen trägt man neben 5 μg Vergleichssubstanzen auf und entwickelt wieder mit Methanol-Wasser (50:50). Die neuen R_f -Werte betragen (in obiger Reihenfolge) 0,28; 0,43 und 0,53 im zweiten Chromatogramm des Aldosteronfleckens. Im Eluat des neuen Aldosteronfleckens ermittelt man das Aldosteron spektrophotometrisch. Zur genauen Identifizierung kann man mit Essigsäureanhydrid und Pyridin nach MATTOX und Mitarb.² das Aldosteron acetylieren. Die R_f -Werte wurden für das acetylierte Produkt mit den oben erwähnten Systemen zu 0,60 bzw. 0,56 gefunden.

¹ Boll. Soc. ital. Biol. sperim. **35**, 570–573 (1959). Univ. Siena (Italien). — ² J. biol. Chemistry **218**, 359 (1956). H. FREYTAG

Über den Nachweis der Disulfidform von Thiamin in tierischen Organen berichtet N. ITADA¹. Verf. bestimmt Thiamin fluorimetrisch mit der Thiochromreaktion nach M. FUJIWARA und K. MATSUI², die auf das Disulfid nicht anspricht. Während sich in reinen Lösungen die Disulfidform mit Cystein leicht in freies Thiamin überführen läßt³, gelingt das bei Rattenorganhomogenaten nicht. Die Homogenate verhindern auch die Oxydation von Thiamin in das Disulfid, die in Kontrolllösungen bei pH 8 spontan eintritt. In Bestätigung anderer Autoren^{4,5} ist im

menschlichen Speichel ein Thiamin oxydierender Faktor vorhanden, der sich in Cerebrospinalflüssigkeit nicht nachweisen läßt.

¹ J. Vitaminol. **5**, 61—65 (1959). Kyoto Univ., Sakyo (Japan). — ² Analyt. Chemistry **25**, 810 (1953); vgl. diese Z. **141**, 219 (1954). — ³ FUJWARA, M., u. H. WATANABE: Proc. Jap. Acad. **28**, 156 (1952). — ⁴ YASUDA, T.: Vitamins **6**, 17 (1953). — ⁵ TSUNO, S.: Vitamins **6**, 134 (1953). E. MÜLLER, Würzburg

Hämoglobin. Die Verwendung eines künstlichen Standards bei der Hämoglobinbestimmung schlagen N. RESSLER, N. A. NELSON und I. M. SMITH¹ vor. Man löst 43,3 g Nickelchlorid ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) und 1,03 g Kobaltchlorid ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) in 100 ml 10%iger Essigsäure und bestimmt die optische Dichte bei 542 m μ . Sie entspricht 60,1 mg Hämoglobin/100 ml. Durch Anwendung des Beerschen Gesetzes kann man aus dieser Äquivalenz den Gehalt einer unbekannten Hämoglobininlösung bestimmen. Die Standardlösung ist bei Zimmertemperatur stabil und entspricht hinsichtlich der Lichtabsorption dem Cyanmethämoglobin. Ein weiterer Vorteil liegt darin, daß sie keinen Nährboden für Bakterien abgibt. Im übrigen wird die Bestimmung nach der von D. L. DRABKIN und J. H. AUSTIN² angegebenen Methode ausgeführt.

¹ J. Lab. clin. Med. **54**, 304—310 (1959). Wayne County General Hosp., Eloise, Mich. (USA). — ² J. biol. Chemistry **112**, 51 (1935); vgl. diese Z. **131**, 232 (1950).

URSULA BAUMANN

Eine schnelle elektrophoretische Trennung der Hämoglobine in einem Agar-Puffer-Gel beschreiben B. ZAK, E. M. EGGERS, T. L. JARKOWSKI und L. A. WILLIAMS¹. Durch Verwendung von hochgereinigtem Agar, Steigerung des Potentialgefälles auf 250 Volt und Verminderung der Ionenstärke des verwendeten Puffers (Veronalpuffer pH 8,6, Ionenstärke 0,025 in den Platten, 0,05 in den Puffergefäßen) konnte die Versuchsdauer auf 15 min herabgesetzt werden^{2,3}. Die Anordnung erlaubt, 24 Proben in einem Ansatz durchlaufen zu lassen (Arbeitsweise vgl.^{2,3}).

¹ J. Lab. clin. Med. **54**, 288—290 (1959). Wayne State Univ. Coll. of Med., Detroit Receiving Hosp. und Office of Wayne County Med. Examiner (USA). — ² ZAK, B., u. K. M. SUN: Amer. J. clin. Pathol. **29**, 69 (1958). — ³ ZAK, B., u. T. L. JARKOWSKI: Clin. chim. Acta **3**, 494 (1958); vgl. diese Z. **168**, 313 (1959).

URSULA BAUMANN

Über eine Modifikation der Methode zur Bestimmung von Plasma- und Harnhämoglobin berichtet TH. R. JOHNSON¹. Es handelt sich dabei um eine Verbesserung der Dacie-Pipette², die bei dem Benzidinverfahren von W. H. CROSBY und F. W. FURTH³ benutzt wird. Diese Pipette besteht aus einem kurzen Stück Capillare, das mit einer Plastikmasse in der Spitze einer Pasteurpipette befestigt ist. Das absolute Volumen der Capillare braucht nicht bekannt zu sein, da auch die Standardhämoglobininlösung mit der gleichen Pipette entnommen wird. Der Gummi-Pipettensauger der Pasteurpipette hat oben ein kleines Loch, das mit dem Finger verschlossen werden kann und die Entleerung der Capillare erleichtert. Für Hämoglobinstandardlösungen bestimmt man das Hämoglobin in Gesamtblut mit der Cyanmethämoglobinmethode von W. H. CROSBY, J. I. MUNN und F. W. FURTH⁴, hämolysiert durch Einfrieren und Auftauen und setzt mit einer Lösung von gleichen Teilen isotonscher Natriumchloridlösung und Glycerin eine Verdünnungsreihe von 20, 80 und 200 mg Hämoglobin/100 ml an. Die Lösungen sind einige Monate haltbar. Eine Abbildung der Pipette ist beigegeben.

¹ J. Lab. clin. Med. **53**, 495—498 (1959). Walter Reed Army Med. Center, Washington, D. C. (USA). — ² DACIE, J. V.: Practical Haematology, ed. 2, p. 95. J. A. Churchill, Ltd. London, 1956. — ³ Blood **11**, 380 (1956). — ⁴ U.S. Armed Forces Med. J. **5**, 693 (1954). E. MÜLLER, Würzburg

Namen- und Sachverzeichnis des 174. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

- AARTS, E. M., siehe MULDER, G. J.
 ABRAHAMCZIK, E., und W. MERZ, Bestimmung kleiner Fluormengen in tonerdehaltigen Materialien 222
 ACKER, L., und W. DIEMAIR, Bestimmung von Cholesterin nach Riffart und Keller 374
 ADAMS, R. H., siehe LADY, J. H.
 ADAMS, R. W., siehe LOVELAND, J. W.
 AFANASEVA, L. I., Trennung von Barium, Strontium und Calcium 436
 AHUJA, I. S., siehe TALMNT, I. K.
 AKAZA, I., siehe KIBA, T.
 ALEKSANDROWICZ, J., Bestimmung von Fettsäuren in Kulturen von saccharolytischen Sporenbildnern 316
 ALIMABIN, I. P., und E. I. STEPANJUK, Abtrennung von Niob und Tantal von Titan 150
 ALMÁSSY, Gy., und M. VIGVÁRI, Mikronachweis und colorimetrische Bestimmung von Molybdän mit Morin 444
 ALPATOV, E. N., siehe ŠEVČENKO, V. I.
 ALSOP III, J. H., siehe AYRES, G. H. Analytical Methods Committee, Bestimmung von Blei in Lebensmitteln 72. — Extraktion von Pigmenten aus pflanzlichem Material 301. — Bestimmung von Tocopherolen in Ölen, Lebensmitteln und Futtermitteln 377
 ANAND, V. D., Alkaline Ferricyanide Titration of Cobalt in Dilute Solutions 192 [Or]
 ANDERSEN, C. J., und B. STRANGE, Colorimetrische Bestimmung von Hornstoff 64
 ANDERSON, D. M. W., Apparat zur Semimikrobestimmung von Uronsäuren 66
 ANDREWS, R., L. S. BARK und W. M. DOWSON, Qualitativer Analysengang 130
 ANTIKAINEN, P. J., Nachweis und halbquantitative Bestimmung von Nickel und Kobalt 155
 ANTONESCU, EL., siehe SPACU, P.
 APPLE, R. F., siehe WHITE, J. C.
 ARCHER, E. E., Titration von Sulfat mit Bleinitratlösung 52
 ASENSI, G., siehe SIERRA, F.
 ASHWORTH, M. R. F., Analyse von tertiärem Butylalkohol 58. — Siehe auch WALISCH, W.
 ASKLUND, A. M., siehe ASSARSSON, G. O.
 ASLYNG, H. C., Bestimmung von calciumchloridlöslichem Bodenphosphat 226
 ASSARSSON, G. O., K. PETERSEN und A. M. ASKLUND, Eine Methode zur Bestimmung des Goldes in Sulfid-erzen durch Extraktion 194 [Or]
 ASTANINA, A. A., siehe PONOMAREV, A. I.
 AYERS, C. W., R. BELCHER und T. S. WEST, Bestimmung von Submikromengen von Kohlenstoff in organischen Verbindungen 50
 AYRES, G. H., und J. H. ALSOP III, Spektralphotometrische Bestimmung von Palladium mit Zinn(II) 156
 BÄHR, A., siehe DICKENS, P.
 BAINE, O., und ST. HICKS, Pharmazeutische Analyse im allgemein chemischen Praktikum 233
 BAIULESCU, GH., und L. TURCU, Gravimetrische Bestimmung von Zirkonium mit Tartrazin 442
 BAKER, B. B., siehe THOMAS, C. O.
 BAKER, C. J. L., Oxalatest in Blättern 301
 BAKER, E. A., siehe SKIRRETT, E. J.
 BALAŠOVA, I. M., siehe CYPKINA, M. N.
 BALDINUS, J. G., und I. ROTHHERZ, Bestimmung von Phenacetin in Tabletten 238
 BALLARD, A. E., siehe BUSH, D. G.
 BALLCZO, H., und G. DOPPLER, Verwendung der Doppelfällung von Bariumsulfat zur Trennung der Erdalkalimetalle 437
 BANISTER, A. J., siehe POLLARD, F. H.
 BANKOVSKI, JU. A., A. F. LEVINŠ und E. A. LUKŠA, Bestimmung kleiner Manganmengen mit 8-Mercaptochinolin 152
 BANKS, CH. V., und J. J. RICHARD, Titration von Dioximen 70
 BARD, A. J., und J. J. LINGANE, Coulorimetrische Titrationen mit elektrisch erzeugten Zinn(II)-ionen 367

- BARDIN, M. B., siehe PŠENICYN, N. K.
 BARILARI, E. M., und M. KATZ, Bestimmung von Streptomycin und Dihydrostreptomycin 388
 BARK, L. S., und R. J. T. GRAHAM, Chromatographisches Verhalten von Phenoxyessigsäuren 366. — Siehe auch ANDREWS, R.
 BARNARD, D., und E. R. COLE, Nachweis und Bestimmung von Thio-sulfonaten und Thiosulfonaten 67
 BARNEY II, J. E., J. G. BERGMANN und W. G. TUSKAN, Bestimmung von Phosphor in Motorölen und Additiven 298
 BARRY, R., siehe SAWICKI, E.
 BARTKIEWICZ, S. A., und J. W. ROBINSON, Bestimmung der Reduktionskapazität von Aluminiumalkylen 57
 BARTSCH, H., siehe GOTTSCHALK, G.
 BAŠKIRCEVA, A. A., und E. M. JAKIMEC, Komplexometrische Eisenbestimmung 153
 BASSETTE, R., siehe KEENEY, M.
 BATTS, M. M., siehe FISCHER, R. B.
 BAUN, W. L., Bestimmung kristalliner Ferrocene mit Hilfe von Röntgenbeugung 296
 BEAMISH, F. E., Kritische Bewertung von Bestimmungen der Platinmetalle 155. — Siehe auch PLUMMER, M. E. V.
 BECK, A., siehe KERTES, A. S.
 BECKER, A., Elatographie. Eine spezielle Art der Papierchromatographie 161 [Or]
 BEKLEŠOVA, G. E., siehe USATENKO, Ju. I.
 BELCHER, R., R. L. BHASIN und T. S. WEST, Bestimmung von Stickstoff in heterocyclischen sowie Azo-, Hydrazo- und Nitroverbindungen neben anderen Elementen 52
 BELCHER, R., D. GIBBONS und T. S. WEST, Bestimmung von Barium und Sulfat 437
 BELCHER, R., und W. J. STEPHEN, Nachweis von Halogeniden und Rhodanid nebeneinander 151. — Siehe auch AYERS, C. W.
 DE BELDER, A. N., E. J. BOURNE und J. B. PRIDHAM, Papierchromatographie von Ferrocen und seinen Derivaten 296
 BELVISO, S., siehe BRASCHI, A.
 BENEDETTI-PICHLER, A. A., siehe MALISSA, H.
 BENS, E. M., und W. R. MCBRIDE, Quantitative Bestimmung von Tetraalkyltetrazonen 287
 BERG, H., siehe ZEFF, K. H.
 BERGMANN, J. G., siehe BARNEY II, J. E.
 BERMEJO MARTÍNEZ, F., und M. GUERRERO ABELLA, Analytische Anwendungen der Chelone. XXVIII, Nachweis von ⁶³Kupfer(II) mit 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure 411 [Or]
 BERNŠTEIN, B. I., siehe PAVLINOVA, A. V.
 BESSONOVA, E. M., Bestimmung von Erythrocyten 315
 BETT, I. M., und G. P. FRASER, Bestimmung von Calcium im Serum 312
 BEZUGLYJ, V. D., siehe DMITRIEVA, V. N.
 BHASIN, R. L., siehe BELCHER, R.
 BICKOFF, E. M., siehe LYMAN, R. L.
 BILLINGHAM jr., E. J., siehe JORDAN, J.
 BIRJUK, E. A., und V. A. NAZARENKO, Bestimmung von Scandium 438
 BLADH, E., siehe KARRMAN, K. J.
 BLAKE, M. I., siehe VINCENT, M. C.
 BLASIUS, E., und F. WOLF, Beitrag zur Bestimmung des Lithiums und seine Trennung von anderen Alkalielementen 349 [Or]
 BLAŽEK, J., Bestimmung von N-(5-Nitro-2-furfuryliden)-1-aminohydantoin 236
 BLUMENTHAL, A., Nachweis von pflanzlichen Verdickungsmitteln und von Polyphosphaten in Mayonnaisen 455
 BÖHME, H., und H. HOCKE, Bestimmung des Äthanolgehaltes galenischer Zubereitungen durch Bestimmung von Siedetemperaturen 385
 DEBOER, F. E., siehe YOUNGDAHL, C. A.
 BOGOJAVLENSKIJ, K. A., und E. M. SOLDATENKO, Bestimmung von cyclisch polymerisiertem Kohlenstoff in Koks 79
 BOLDINGH, J., Trennung von Carbonsäuren 288
 BONE, A. D., siehe WEIL-MALHERBE, H.
 BONSELS, W., siehe POHL, F. A.
 BOOTH, A. N., siehe LYMAN, R. L.
 BOOTH, V. H., Extraktion von Pigmentin aus pflanzlichem Material 301
 BORCHERS, R., Bestimmung von Aminosäuren 319
 BORN, H.-J., und H. STÄRK, Bestimmung von Jod und jodhaltigen Verbindungen auf Papierchromatogrammen 151
 BOURDON, D., J. COTTE und M.-L. GIEFRICH, Ionophorese von Zuckern mittels ihrer Borsäurekomplexe 452

- BOURJOL, G., Bestimmung von Ammoniumsalzen 149
- BOUENE, E. J., siehe DE BELDER, A. N.
- BOVALINI, E., L. PUCINI und M. L. CONTI, Bestimmung von Bor in Lösungen von Uranylchlorid und -nitrat 233
- BOVALINI, E., L. PUCINI und A. LO MORO, Flammenphotometrische Bestimmung von Bor 142
- BOWER, G. M., siehe LADY, J. H.
- BOYD, C. C., und W. K. EASLEY, Abtrennung von Arsen von anderen Kationen 149
- BOZSAI, I., Bestimmung von Kobalt in Stahl, Hartmetallen, Legierungen und Silicaten 218
- BRASCHI, A., G. OMODEI SALÉ und S. BELVISO, Mikrobiologische Bestimmung von Vitamin B₁₂ 375
- BRIESKORN, C. H., und H. HERRIG, Bestimmung des Eigehaltes in Eierteigwaren 374
- BROCKELT, G., und R. POHLODEK-FABINI, Bestimmung von Carvon in Pflanzenteilen 460. — Siehe auch POHLODEK-FABINI, R.
- BROOKS, R. T., und P. D. STERNGLANZ, Bestimmung der N-Oxydgruppe in Pyridin-N-oxyd 296
- BROUSSARD, J. O., siehe SCHNOPPER, I.
- BRÜGEMANN, J., W. KRAUSS und J. TIEWS, Bestimmung von Vitamin A und D 77
- BRYAN, J. T., und W. R. LINCOLN, Bestimmung von Rotenon in pharmazeutischen Präparaten 457
- BUCKLEY, J. E., siehe KUNKEL, R. K.
- BUDZYŃSKI, A. Z., siehe ZUBRZYCKI, Z. J.
- BÜCHNER, M., K. SCHIMMEL und A. PIETSCH, Nachweis von polycyclischen und cancerogenen Kohlenwasserstoffen in Körperflüssigkeiten 398
- BÜRGER, K., Bestimmung von Sauerstoff in Alkali- und Erdalkalisalzen organischer Säuren 447
- BULLOCK, J. S., und R. H. MAIER, Bestimmung geringer Mengen von Calcium in Tonen und Böden 226
- BURGER, K., siehe PŘIBIL, R.
- BURNET, M., siehe DESNUELLE, P.
- BURRIEL-MARTÍ, F., und M.-I. CARNICERO, Verhalten von Adsorptionsindikatoren bei Fällungsmaßanalysen, bei denen gleichzeitig 2 Salze gefällt werden sollen 134
- BURTON, J. D., und J. P. RILEY, Spektrophotometrische Germaniumbestimmung mit Phenylfluoron 147
- BUSEV, A. I., und M. I. IVANJUTIN, Bestimmung von Dialkyl- und Diaryldithiophosphaten 287
- BUSEV, A. I., und L. JA. POLJAK, Bestimmung von Cadmium in Magnesiumlegierungen 208
- BUSH, D. G., C. W. ZUEHLKE und A. E. BALLARD, Bestimmung von Silber in Gegenwart von Halogenionen 232
- BYRNE, F. P., siehe LADY, J. H.
- CALDAS, A., siehe GENTIL, V.
- CALI, L. J., siehe LOVELAND, J. W.
- CALICOAT, D. L., und J. D. WOLSON, Bestimmung von Bor mit Carminsäure 142
- CALICOAT, D. L., J. D. WOLSON und J. R. HAYES, Bestimmung von Bor durch Mischbett-Ionenaustausch 142
- CAMPBELL, D. J., siehe THEIVAGT, J. G.
- CAMPBELL, I. G., siehe ZUBRZYCKI, Z. J.
- CARNICERO, M.-I., siehe BURRIEL-MARTÍ, F.
- CARTIER, P., und J. CLÉMENT-MÉTRAL, Bestimmung von Calcium im Serum mit Calcein 312
- CASADIO, S., und F. SOSSI, Bestimmung von Diacetoxydiphenylpyridylmethan in Laxantien 395
- CASAZZA, A. R., siehe MCCURDY jr., W. H.
- CASTIGLIONI, A., und R. PILLERI, Chromatographische Trennung des Geraniols vom Linalool 278 [Or]
- CAVALLARO, L., und L. FELLONI, Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes von Saccharose und Raffinadezuckern 292
- ČAVANÁK, T., siehe DUŠINSKÝ, G.
- ČERNICHOV, JU. A., R. S. TRAMM und K. S. PEVZNER, Trennung von Tantal und Niob 442
- CHADEEV, V. A., siehe ŽDANOV, A. K.
- CHAKRABARTY, M. M., siehe MAJUMDAR, A. K.
- CHALTURIN, V. S., siehe MOCHOV, L. A.
- CHAPHEKAR, M. R., und T. S. GORE, Bestimmung der Hydrierzahl in organischen Verbindungen 448
- CHARLET, L., siehe MATHIEN, V.
- CHURCH, C. L., siehe GINN, M. E.
- ČÍHALÍK, J., und E. KUDRNOVSKÁ-PAVLÍKOVÁ, Titrationsen mit 2-Mercaptobenzthiazollösungen 128
- CIMMERGAKL, V. A., und Z. A. KRASNOVA, Bestimmung von Thallium und Blei in metallischem Cadmium 209

- ČIRKOV, S. K., Bestimmung von NaOH, Na_2CO_3 und NaHCO_3 in Gemischen 231
- CIUHANDU, GH., und M. ROCSIN, Eine neue photometrische Methode zur Antimonbestimmung 118 [Or]
- CLARK, R. E. D., und R. G. NEVILLE, Verwendung von Toluol-3,4-dithiol und seiner beiden Derivate Diacetyl-dithiol und Chinoxalin-2,3-dithiol 134
- CLARK, R. T., siehe WOOD, D. F.
- CLAYTON, R. A., und F. M. STRONG, Bestimmung von Aminosäuren 318
- CLÉMENT-MÉTRAL, J., siehe CARTIER, P.
- VAN CLEVE, J. W., siehe WISE, C. S.
- CLUETT, M. L., Untersuchung der Tetra-n-butyl-ammoniumbase 286
- COLE, E. R., siehe BARNARD, D.
- COLEMAN, R. F., und J. L. PERKIN, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes von Berylliummetall durch Aktivierungsanalyse 208
- COLLINS, A. G., und J. W. WATKINS, Spektralphotometrische Bestimmung von Jodid und Bromid neben Chlorid-überschuß in Wasser 204
- CONTI, M. L., siehe BOVALINI, E.
- COOKE, A. C., Abtrennung und Identifizierung von Lebensmittelfarbstoffen 78
- COTTE, J., siehe BOURDON, D.
- COURTECUISSÉ, S., siehe MORPAIN, R.
- COWELL, W. H., siehe MILLNER, O. I.
- CREMER, M., siehe SPECKER, H.
- CRITCHFIELD, F. E., Bestimmung von α , β -ungesättigten Säuren und Estern 289
- CUNDIFF, R. H., und P. C. MARKUNAS, Bestimmung von anorganischen Salzen in nichtwäßrigem Medium 131. — Titration starker Säuren mit Tetra-butylammoniumhydroxydlösung 370
- CUSANI, P., siehe FLATT, R.
- CYPRINA, M. N., und I. M. BALÁŠOVA, Trennung von Lignosulfonsäuren und Kohlenhydratsulfonsäuren aus den Sulfitlaugen der Zellstoffverwertung 300
- DAHMEN, E. A. M. F., siehe VAN MEURS, N.
- DARR, W. C., siehe STEINGISER, S.
- DAS, M. N., siehe KALIDAS, CH.
- DATTA, S. K., Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part X. Determination of Thorium with Maleanilic Acids 23 [Or]. — Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part XI. Gravimetric Determination of Zirconium with Maleanilic Acids 30 [Or]. — Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part XII. Analytical Reactions of Aryloxy Fatty Acids 104 [Or]. — Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part XIII. Determination of Thorium and Zirconium with Acryloxy Fatty Acids 109 [Or]
- DATTA, S. K., und S. N. SAHA, Analytical Aspects of Some Azo Dyes from Chromotropic Acid. Part X. Analytical Reactions of Some Dyes from Sulfonamides 38 [Or]
- DAVIS, E. N., siehe LINCOLN, A. J.
- DEBRAS-GUÉDON, J., und I. VOÏNOVITCH, Bestimmung verschiedener Elemente in aluminiumreichen Silicaten 221
- DEGENHARD, W., Grundlagen der Flammenphotometrie 126
- DESHMUKH, G. S., S. V. TATWAWADI und M. S. VAIKUNTAM, Turbidimetrische Bestimmung von Molybdän 150
- DESNUELLE, P., und M. BURNET, Trennung von Carbonsäuren 289
- DEVLIN, T. M., Anwendbarkeit enzymatischer Methoden in der analytischen Chemie 314
- DEZSÖ, J., und T. FÜLÖP, Bestimmung von Kupfer in Blutserum 395
- DICKENS, P., und A. BÄHR, Erfahrungen mit direkt registrierenden Spektrographen im Eisenhüttenlaboratorium 214
- DIEHL, H., und G. F. SMITH, Nasse Oxydation von organischem Material mit Hilfe von Perchlorsäure-Schwefelsäure-Gemischen 448
- DIEMAIR, W., Bestimmung von Glycerin 65. — Siehe auch ACKER, L.
- DIEMAIR, W., und C. GUNDERMANN, Bestimmung der Ameisensäure in Wein 160
- DIEMAIR, W., und M. SALVISBERG, Bestimmung von Fett in Mayonnaise 455
- DILLER, W., E. KRÜGER-THIEMER und E. WEMPE, Radiochromatographie des Isoniacids und seiner Metaboliten 458
- DIMBAT, M., P. E. PORTER und F. H. STROSS, Empfindlichkeit in der Gaschromatographie 365. — Siehe auch FREDERICKS, E. M.
- DMITRIEVA, V. N., und V. D. BEZUGLYJ, Bestimmung von Butylmethacrylat in Polybutylmethacrylat, welches Dibutyl-

- tylphthalat als Weichmacher enthält 304
- DOLEŽAL, J., und J. ZÝKA, Methodik der oscillographischen Polarographie 368. — Siehe auch ŠULCEK, Z.
- DONALDSON, K. O., V. J. TULANE und L. M. MARSHALL, Trennung von Carbonsäuren 288
- DOPFLER, G., siehe BALLCZO, H.
- DORE, F., siehe MILETTI, M.
- DOSS, K. S. G., K. SUNDARARAJAN, U. H. NARAYANAN und S. VISVANATHAN, Redoxkinetische Titrationen 432
- DOWD, L. E., Spektrophotometrische Bestimmung von Quercetin 71
- DOWSON, W. M., siehe ANDREWS, R.
- DREYON, B., und J. LAUR, Nachweis von Lebensmittelfarbstoffen 78
- DUNBAR, R. E., und W. M. KING, Mikroskopische Identifizierung aromatischer Halogenide 58
- DUNNING, H. N., siehe FISHER, L. R.
- DUPRAW, W. A., und H. J. O'NEILL, Bestimmung von Sauerstoff und Stickstoff in metallischem Titan und Titanlegierungen 210
- DUŠINSKÝ, G., und T. ČAŇÁK, Bestimmung von Ephedrin 389
- DUŠINSKÝ, G., und J. RUŽIČKOVÁ, Bestimmung von Diäthylstilboestrol und Dipropionsäureester in Öllösungen und Salben 459
- DUTRA, C. W., und K. J. MURATA, Bestimmung von Thorium 225
- DVOŘÁK, J., siehe ŘEŽÁČ, Z.
- DVORSZKY, M., siehe HEGEDŰS, A.
- DZÚRIK, R., P. KOVÁCS und T. R. NIEDERLAND, Bestimmung von nicht veresterten Fettsäuren im Blut und in Geweben 316
- FASLEY, W. K., siehe BOYD, C. C.
- EASTHAM, J. F., und V. F. RAAEN, Bestimmung des aktiven Wasserstoffs in organischen Verbindungen 201
- EBREY, P., Einfluß von Saponin auf die papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 319
- EGGERS, E. M., siehe ZAK, B.
- EGOROV, N. P., und I. A. KOVALEV, Spektralanalytische Bestimmung von Alkalimetallen 138
- EHRENBERGER, F., Bestimmung von Chlor, Brom und Fluor in organischen Substanzen 54
- EHRlich-ROGOZINSKY, S., siehe KIRSTEN, W. — sowie PATCHORNIK, A.
- EISENBRAND, J., und H. MEYER, Beiträge zur Fluorimetrie III. Die fluorimetrische Bestimmung der Naphthionsäure unter Verwendung von kurzwelligem UV-Licht (313 nm) 414 [Or]
- ENDRŐI-HAVAS, A., siehe SCHULEK, E.
- ENGLAND, L. J., siehe STEELE, M. C.
- ENGLISH, E., Bestimmung von Benzoesäure in alkoholfreien Getränken 158
- ENOHARA, R., siehe FUKAMAUCHI, H.
- ERDEY, L., und L. PÓLOS, Komplextometrische Bestimmung von Aluminium- und Bleiionen in Anwesenheit von Variaminblau als Indicator 333 [Or]
- ERLER, J., siehe GARIN-BONNET
- ESCHNAUER, H., Bestimmung von Vanadium in Wein 159. — Bestimmung von Kobalt in Wein 74
- VAN ESPEN, J., Bestimmung von Adrenalin allein und in Mischungen 386
- EVANS, L. K., und A. E. GILLAM, Bestimmung von Ketosteroidrückständen in einem Ketosteroidgemisch 462
- EVSEVA, T. I., siehe VINOGRADOV, A. V.
- EZERSKAJA, N. A., siehe PŠENICYN, N. K.
- FAIRCLOTH, R. L., Polarographische Analyse von Verunreinigungen in quecksilberlöslichen Metallen 205
- FARAGGI, H., siehe GARIN-BONNET
- FECHTIG, O., siehe HÜCKEL, W.
- FEIGL, F., und E. JUNGREIS, Schnell ausführbarer Test für Anthrachinon, Anthrachinonderivate und Anthracen 71
- FELDHEIM, W., und J. SEIDEMANN, Quantitative Bestimmung von L-Ascorbinsäure in pharmazeutischen Präparaten 376
- FELLONI, L., siehe CAVALLARO, L.
- FILJOLKA, P., R. KAYLER und J. LENZ, Papierchromatographische Analyse der Dicarbonsäuren in Polyestern 303
- FINKELŠTEJN, A. I., siehe ROGINSKAJA, C. N.
- FIRSCHING, F. H., Bariumabtrennung von Strontium und Blei 438
- FISCHER, R. B., M. L. YATES und M. M. BATTS, Turbidimetrische Bestimmungen 133
- FISHER, L. R., und H. N. DUNNING, Trennung und Isolierung von polaren und unpolaren Porphyrinen aus Petroleum-Porphyrin-Ansammlungen 80
- FITZGERALD, J. S., Gaschromatographische Analyse von 47 Phenolen 68

- FLATT, R., und P. CUSANI, Bestimmung von Chrom im Zement 230
- FLETCHER, A. N., R. H. PIERSON und E. ST. CLAIR GANTZ, Bestimmung von Celluloseacetat in Doppelbasis-Treibmitteln 305
- FLORET, A., siehe MARTIN, F.
- FODOR, J., Bestimmung von Wolfram in legierten Stählen 217
- LA FORGIA, C. K., siehe SCHNOPPER, I.
- FORIST, A. A., Bestimmung von Δ^4 -3-Ketosteroidrückständen in einem Δ^4 -3-Ketosteroidgemisch 462
- FRANC, J., Papierchromatographische Trennung von Ketonen und Aldehyden in Form ihrer Kondensationsprodukte mit Rhodanin 59
- FRANC, J., und J. JOKL, Zusammenhang zwischen papierchromatographischen R_f -Werten und abgeleiteten R_M -Werten von der Länge der Seitenkette 56
- FRANZKE, C., Bestimmung von Linol- und Linolensäure 451
- FRASER, G. P., siehe BETT, I. M.
- FREDERICKS, E. M., M. DIMBAT und F. H. STROSS, Verwendung verschiedener Trägergase in der Gaschromatographie 365
- FREGGARDE, M., und B. JONES, Bestimmung von Äthylacetat und Methyläthylketon nebeneinander 290
- FREEMAN, M. B., siehe HANLAN, J. F.
- FREISER, H., Gaschromatographische Trennung von Zinn(IV)- und Titan(IV)-chlorid 148
- FRIDMAN, V. M., siehe KOGAN, V. B.
- FRIED, F., siehe GLANTZ, M. D.
- FRIEDHOFF, A. J., siehe GOLDSTEIN, M.
- FRISMAN, T. A., siehe GINZBURG, V. I.
- FRITZ, J. S., und D. J. PIETRZYK, Bestimmung von Scandium neben Kupfer und Yttrium und den Seltenen Erden 143
- FRÖMEL, W., Bestimmung von Vitamin A und D in Mischungen 77
- FÜLÖP, T., siehe DEZSÖ, J.
- FÜRER, R., siehe GEIGER, M.
- FUJII, I., siehe NAKAI, T.
- FUKAMAUCHI, H., R. ENOHARA, M. UEHARA, S. TERUT und Y. TOKIMOTO, Bestimmung von Antimon(V) 150
- FUKUDA, M., Waschreagens zur Bestimmung von Alkoxygruppen 57
- FUKUSHIMA, S., Störungsmechanismus bei flammenphotometrischen Bestimmungen 126
- FUWA, K., R. E. THIERS und B. L. VALLEE, Ausnützung der Flammtemperatur der Cyansauerstoffflamme 126
- GANSEL, E. E., Bestimmung von Silber in photographischen Emulsionen, Filmen und Papieren 232
- GANT, P. L., und K. YANG, Trennung von Wasserstoffisotopen durch Gasfest-Chromatographie 137
- GANTZ, E. ST. CLAIR, siehe FLETCHER, E. N.
- GARIN-BONNET, FARAGGI, H., J. ERLER und J. F. PETIT, Bestimmung von Uran in Thorium 210
- GASLINI, F., und L. Z. NAHUM, Konduktometrische Titration sehr schwacher Säuren 63
- GATTOW, G., und H.-G. WENDLANDT, Zur analytischen Untersuchung von Braunsteinen. Eine Methode zur Schnellbestimmung der Zusammensetzung von MnO_{1+x} -Produkten 15[Or]
- GAUTIER, J. A., und P. PIGNARD, Fällung von Bor 142
- GEARY, W. J., siehe POLLARD, F. H.
- GEDDA, P.-O., siehe KARREMAN, K. J.
- GEIGER, M., und R. FÜRER, Über die analytische Bestimmung von 0,0-Dimethyl-2,2-dichlorvinylphosphat (DDVP) 401 [Or]
- GENTIL, V., und A. CALDAS, Nachweis der Halogenide und von Rhodanid in der qualitativen Analyse 132
- GERHARDT, L. I., Bestimmung von Thorium mit Arsenazo nach vorheriger Extraktion in Erzen und Gesteinen 220
- GHEORGHIU, C., siehe SPACU, P.
- GIBBONS, D., siehe BELCHER, R.
- GIBSON jr., J. A., siehe PAUL, A. D.
- GIELFRICH, M.-L., siehe BOURDON, D.
- GIL-AY, E., siehe SHABTAI, J.
- GILLAM, A. E., siehe EVANS, L. K.
- GILLETTE, J. M., Verwendung der IBM 650-Rechenmaschine in der Massenspektrometrie 369
- GIMÉNEZ-FERNANDEZ, F., Bestimmung von Glucose 291
- GINN, M. E., und C. L. CHURCH, Bestimmung von oberflächenaktiven Substanzen 307
- GINZBURG, V. I., und T. A. FRISMAN, Bestimmung von geringen Phenolgehalten mit der rotierenden Platinanode 68
- GLANTZ, M. D., und F. FRIED, Mikrotrennung von Tetrazoliumsalzen 452
- GOLDSTEIN, M., A. J. FRIEDHOFF und C. SIMMONS, Papierchromatogra-

- phisch-fluorometrische Bestimmung von Adrenalin, Noradrenalin und Hydroxytyramin im Harn 398
- GOLDSTEIN, R., siehe ROBERT, L.
- GOLUBCOVA, R. B., Photometrische Bestimmung von Molybdän in Legierungen neben größeren Titanmengen 212
- GÓMEZ-VELASCO, H., und J. M. RAFOLS-ROVIRA, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Salz 232
- GORDON, L., siehe SALESIN, E. D.
- GORE, T. S., siehe CHAPHEKAR, M. R.
- GORIN, G., siehe KUNKEL, R. K.
- GORŠKOV, V. I., I. A. KUZNECOV und G. M. PANČENKOV, Einfluß von organischen Lösungsmitteln auf die chromatographische Verteilung von Alkalimetallen an Sulfonharzen 138
- GORSUCH, T. T., Bestimmung von Spurenelementen in biologischem Material 311
- GOTO, K., siehe MUKAI, K.
- GOTTSCHALK, G., und H. BARTSCH, Über die Genauigkeit photometrischer Cerbestimmungen als Cer(IV)-sulfatokomplexe 423 [Or]
- GRAHAM, R. J. T., siehe BARK, L. S.
- GRASSMANN, W., und K. HANNIG, Apparatur zur Ionophorese 452
- GREENFIELD, S., Bestimmung von Silicium in Gegenwart von Fluor und Phosphor 146
- DE GREGORIO-ROCASOLANO-Y-TURMO, A., Bestimmung der Urinacidität mittels Kalkwasser 310
- GRIFFITHS, T. R., K. A. K. LOTT und M. C. R. SYMONS, Remissionsverhalten pulverförmiger Salze im UV 364
- GRIFFITHS, V. S., Bestimmung von Leitfähigkeiten mit unkonventionellen Elektrodensystemen 433
- GRIGORJEV, N. N., siehe STOJAROV, K. P.
- GRIMALDI, F. S., und M. SCHNEPPE, Abtrennung von Niob und Tantal von Titan 150
- GRIMMER, J., Bestimmung von Adipinsäure in ihren Alkydharzen 383
- GRLIĆ, L., UV-Spektrophotometrie zur Analyse von pflanzlichen Drogen und Extrakten 384
- GROSSKOPF, K., Nachweis von Systox in der Luft und in organischem Material mit der Prüfröhrentechnik 203
- GUERRERO, ABELLA M., siehe BERMEJO MARTÍNEZ, F.
- GUNDERMANN, C., siehe DIEMAIR, W.
- GUPTA, H. K. L., und N. C. SOGANI, Photometrische Kobaltbestimmung 154
- SEN GUPTA, J. G., siehe MAJUMDAR, A. K.
- GUYER, H., siehe KOVÁCS, E.
- GWILT, J. R., und J. S. HEDLEY, Bestimmung von anorganischem Sulfat in Natriumlaurylsulfat 383
- HACHINO, H., siehe KIBA, T.
- HADDEN, N., und W. G. HAMNER, Analyse isomerer Dicyanbenzole 70
- HADJIOANNOU, T. P., siehe MALMSTADT, H. V.
- HÄDICKE, M., siehe KUNTZE, M.
- HÄUSSLER, A., und P. HAJDÚ, Bestimmung von Natrium, Kalium und Calcium in Serum und Harn 311
- HAHN, F. L., Zur komplexometrischen Bestimmung von Calcium und Magnesium: Die Vorteile der inversen Titration 121 [Or]. — Die Wertbestimmung von Zinkstaub 261 [Or]
- HAJDÚ, P., siehe HÄUSSLER, A.
- HAKIM, A. A., Bestimmung von Tryptophan, Kynurenin und ihren Derivaten 320
- HAL'AMA, D., Bestimmung flüchtiger Fettsäuren mit Hilfe der Papierchromatographie 62
- HALMEKOSKI, J., Trennung von Acetobrenzcatechin, von Catechin und anderen Phenolen 294
- HAMAGUCHI, H., N. IKEDA und T. KAWASHIMA, Herstellung von trägerfreiem Lanthan-140, 145
- HAMDY, M., siehe ISSA, I. M.
- HAMES, G. E., siehe LOCKYER, L.
- HAMNER, W. G., siehe HADDEN, N.
- HANAMURA, S., Verwendung des i-Q-Schreibers für coulometrische Schnellanalysen 372
- HANLAN, J. F., und M. B. FREEMAN, Betrachtungen über die Gasadsorptionschromatographie 365
- HANNIG, E., und H. HEYROTH-STRAUBE-KÖGLER, Bestimmung von Oxytetracyclin 388
- HANNIG, K., siehe GRASSMANN, W.
- HARDY, E. E., siehe STEINGISER, S.
- HARROW, L. S., siehe PLEASANTS, S. W.
- HARTLEIF, G., und H. KORNFELD, Erfahrungen mit direkt registrierenden Spektrographen im Eisenhüttenlaboratorium 213
- HAUSER, T. R., siehe SAWICKI, E.
- HAVŘÍ, J., und M. KRIVÁNEK, Bestimmung von Kalium, Rubidium und Caesium 435

- HAYES, J. R., siehe CALICOAT, D. L.
 HAYNES, C. M., siehe PLEASANTS, S. W.
 HECKER, H., und FR. HEIN, Über einige Farbreaktionen phosphororganischer Verbindungen 354 [Or]
 HEDLEY, J. S., siehe GWILT, J. R.
 HEGEDÜS, A., J. NEUGEBAUER und M. DVORSZKY, Mikrobestimmung von Natrium, Kalium und Calcium in metallischem Wolfram und Wolframoxiden 213
 HEIMANN, W., R. STROHECKER und F. MATT, Bestimmung von Ascorbinsäure 376
 HEIN, FR., siehe HECKER, H.
 HEINERTH, E., und J. POLLERBERG, Trennung von Alkanolamiden in Waschmitteln 308
 HELBIG, W., Beitrag zur potentiometrischen Uran-Bestimmung 169 [Or]
 HELMSTAEDTER, G., Bestimmung für Mandelsäure und ihre pharmazeutisch verwendeten Verbindungen 239
 HEPNER, L. S., siehe MILLNER, O. I.
 HERBOLSHEIMER, R., siehe RUMLER, F.
 HERIC, E. L., Bestimmung der Löslichkeitsgrenzen im ternären System Äthylacetat-Furfurol-Wasser 434
 HERLING, J., siehe SHABTAI, J.
 HERRERO-LANCINA, M., Papierelektrophorese der Oxinkomplexe Seltener Erden 144
 HERRIG, H., siehe BRIESKORN, C. H.
 HERRLINGER, R., Analyse von Tallölen und Tallharzen 300
 HERRMANN, R., und W. RICK, Flammenspektrophotometrische Bestimmung von Calcium in Serum 396
 HESSLER, L. E., Bestimmung von Fructose in Gegenwart von Aldopentosen und Aldohexosen 66
 HETZEL, H. F., Photometrische Diacetylbestimmung mit o-Phenylendiamin 290
 VANDEN HEUVEL, W. J. A., siehe McCURDY jr., W. H.
 HEYNDRYCKX, P., siehe LACOURT, A.
 HEYROTH-STRAUBE-KÖGLER, H., siehe HANNIG, E.
 HICKMAN, H. M., siehe LINK, W. E.
 HICKS, ST., siehe BAINE, O.
 HILL, U. T., Photometrische Bestimmung von Aluminium in Stählen 215
 HILTON, C. L., J. E. NEWELL und J. TOLSMA, Bestimmung des Stryolgehaltes von Polymeren 384
 HIMES, J. B., und L. D. METCALFE, Bestimmung von Aminosäuren 318
 HIRN, C. F., und C. A. LUCCHESI, Bestimmung von Zirkonium in Zirkonium-Siccativen 305
 HOCKE, H., siehe BÖHME, H.
 HÖGENAUER, G., siehe MICHL, H.
 HÖGL, O., siehe PADMOYO, M.
 HOFFMANN, E., Determination of Microgram Quantities of some Phenylmercury Compounds and their Separation from Inorganic Mercury Salts 48 [Or]
 HOOD, M., siehe JAQUEZ, J. A.
 HORÁČEK, J., und J. KÖRBL, Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Verbindungen 52
 HOSTE, J., siehe SPEECKE, A.
 HUBER, W., Bestimmung von Sauerstoff in Alkali- und Erdalkalisalzen organischer Säuren 447
 HUCKABAY, W. B., E. T. WELCK und A. V. METLER, Destillation von Fluorid 314
 HÜCKEL, W., und O. FECHTIG, Bestimmung von Octalin 237
 HUME, D. N., siehe OLVER, J. W.
 HUMOLLER, F. L., siehe KEENAN, P.
 IACOBELLI TURRI, C., Untersuchung von Haarfärbemitteln 309
 IANCU, C., siehe SPACU, P.
 LEVINŠ, A. F., siehe BANKOVSKIJ, JU. A.
 IKEDA, N., siehe HAMAGUCHI, H.
 INDEMANS, A. W. M., I. M. JAKOVljeVIC und J. J. A. M. V. D. LANGERIJT, Bestimmung von Reserpin in pharmazeutischen Präparaten 393
 Internationaler Milchwirtschaftsverband, Bestimmung des Säuregrades von Butterfett 76
 ISHIDA, T., siehe WAKISAKA, Y.
 ISSA, I. M., und M. HAMDY, Oxidations with Potassium Permanganate in the Presence of Fluoride III. Determination of Chromium(III) und Vanadium(IV) 418 [Or]
 ISSA, I. M., und R. M. ISSA, Polarographic Analysis. I Polarography of Copper, Uranium, and Iron in Alkaline Solutions containing Triethanolamine 254 [Or]
 ISSA, R. M., siehe ISSA, I. M.
 ITADA, N., Nachweis der Disulfidform von Thiamin in tierischen Organen 463, 464
 ITSUKI, K., F. SUZUKI und F. SATO, Bestimmung von Nickel in Rohkupfer durch Wechselstrompolarographie 206
 IVANJUTIN, M. I., siehe BUSEV, A. I.

- JABOULAY, B. É., Bestimmung von Vanadium in Ferrovanadin 380. — Bestimmung von Wolfram und Molybdän in Schnelldrehstählen 218
- JACKWERTH, E., siehe SPECKER, H.
- JAKIMEC, E. M., siehe BAŠKIRCEVA, A. A.
- JAKOVljeVIC, I. M., siehe INDEMANs, A. W. M.
- JAMES, W. J., siehe STRAUMANIS, M. E.
- JANÁK, J., und R. KOMERS, Gaschromatographische Analyse zweiwertiger Phenole 68
- JANDA, I., und E. SCHROLL, Bestimmung leichtflüchtiger Spurenelemente in Graphiten und Kohlegestein 297
- JANDÁSEK, J., Bestimmung des Wassergehaltes in Braunkohle und Braunkohlenschwelkoks 297
- JAQUEZ, J. A., R. JELTSCH und M. HOOD, Bestimmung von Ammoniak in Plasma und Blut 313
- JARKOWSKI, T. L., siehe ZAK, B.
- JART, A., Gaschromatographische Untersuchung von Kokos- und Rübölfettsäuren 64
- JASELSKIS, B., Bestimmung von Alkylmercaptan-Dialkylsulfidgemischen und Alkylmercaptan-Alkyldisulfidgemischen 449
- JAUDON, E., siehe ROSOTTE, R.
- JAYCOX, E. K., Zirkonium als Bezugselement beider Bestimmung von Thorium 225
- JEGOROV, N. P., siehe EGOROV, N. P.
- JELTSCH, R., siehe JAQUEZ, J. A.
- JENNINGS, W. G., Trennung kleinster Mengen von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen aliphatischer Ketone 288
- JIRGL, V., Bestimmung der freien Aminosäuren im Blutserum 317
- JOHNSON, E. I., und R. D. A. POLHILL, Bestimmung von Blei in Lebensmitteln 72
- JOHNSON, Th. R., Bestimmung von Plasma- und Harnhämoglobin 464
- JOKL, J., siehe FRANC, J.
- JONES, B., siehe FREGGARDE, M.
- JONES, G. B., und J. H. WATKINSON, Spektrophotometrische Bestimmung von Vanadium in Pflanzenmaterial 381
- JONES, J. K. N., R. A. WALL und A. O. PITTET, Trennung von Zuckern durch Ionenaustausch 291
- JONES, R. A., Bestimmung von Mangan in Benzin 299, 300
- JONES, S. W., siehe WILKIE, J. B.
- JONES, W. F., Trennung von Strontium- und Calciumionen 140. — Aluminiumnachweis in der qualitativen anorganischen Analyse 143
- JORDAN, J., J. MEIER, E. J. BILLINGHAM jr. und J. PENDERGRAST, Thermometrische Titration in geschmolzenen Salzen 130
- JORDAN, J. V., und G. D. WYER, Apparatur zur Herstellung von destilliertem Wasser mit Polyäthylen-Kühler und -Destillatauffanggefäß 371
- JOVTSCHIEFF, A., Bestimmung der Jodzahl von Monoenfettsäuren mittels Bromsuccinimid 289
- JUD, L., siehe ROSENTHAL, H. L.
- JUNGREIS, E., siehe FEIGL, F.
- KABASAKALIAN, P., und J. MCGLOTTEN, Polarographische Bestimmung von Steroiden 461
- KAKEMI, K., T. UNO und H. YAMASHINA, Bestimmung von α -(4-Piperidyl)-benzhydrol-hydrochlorid 394
- KAKUTA, M., siehe OKAMOTO, J.
- KALIDAS, Ch., und M. N. DAS, Lösungsmittel für schwache Säuren, die in wäßriger Lösung nicht titriert werden können 63
- KALLINA, D., siehe KUFFNER, F.
- KAPOOR, U., und H. L. NIGAM, Studies on Adsorption Indicators. I. Fluorescein Dyes in Argentometric Titrations 179 [Or]. — Studies on Adsorption Indicators II. Succinyl Fluorescein Dyes in Argentometric Titrations 186 [Or]
- KARCHMER, J. H., Gaschromatographisches Verhalten von Schwefelverbindungen im Siedebereich von 58 bis 126° C 286
- KAROLEV, A. N., und M. K. KOJČEV, Komplexometrische Bleibestimmung in Bleikonzentraten mit Xylenorange oder Methylthymolblau 227
- KARRMAN, K. J., E. BLADH und P.-O. GEDDA, Ultramikrobestimmung von Kalium 435
- KARTNIG, Th., Bestimmung von Senna-Wirkstoffen 460
- KATZ, M., siehe BARILARI, E. M.
- KAUFMAN, H. R., siehe ZLATKIS, A.
- KAUFMANN, H., P., F. VOLBERT und G. MANKEL, Bestimmung trans-ungesättigter Fettsäuren in Gemischen mit cis-isomeren und gesättigten Verbindungen 451
- KAVARANA, H. H., Bestimmung von 5,7-Dijod-8-hydroxychinolin 389
- KAWASHIMA, T., siehe HAMAGUCHI, H.
- KAY, L. M., siehe SCHROEDER, W. A.

- KAYLER, R., siehe FIJOLKA, P.
 KEENAN, P., W. P. KLEITSCH und F. L. HUMOLLER, Bestimmung von Catechinaminen im Blut 399
 KEENEY, M., und R. BASSETTE, Nachweis von Zwischenprodukten des ersten Stadiums der Bräunungsreaktion in Milchprodukten 77
 KELLER, H., siehe RIFFART, H.
 KERCKOW, F. W., Bestimmung von Adipinsäure in Alkydharzen 383
 KERESZTÉNY, B., und L. MARTON, Bestimmung des leichtlöslichen Molybdängehaltes von Böden 381
 KERTES, A. S., und A. BECK, Verteilungsverhalten von Metallnitrat in der Papierchromatographie 127
 KHORASANI, S. S. M. A., und M. H. KHUNDAR, Bestimmung von Antimon in verschiedenen Metallantimonaten und Letternmetall 379
 KHUNDKAR, M. H., siehe KHORASANI, S. S. M. A.
 KIBA, T., I. AKAZA und H. HACHINO, Bestimmung kleiner Mengen Selen 443
 KING jr., H. H., siehe LOVELAND, J. W.
 KING, W. M., siehe DUNBAR, R. E.
 KINGSBURY, K. J., siehe MORGAN, D. M.
 KIRSTEN, W., und S. EHRLICH-ROGOZINSKY, Bestimmung von Alkoxygruppen 57
 KIRSTEN, W. J., Über die Verwendbarkeit einiger Metalloxyde in der organischen Elementaranalyse 282 [Or]
 KISELEVIĆ, G. A., Fluoreszenzmethode zur Bestimmung von Gallussäure 71
 KIVIRIKKO, K. I., und M. LIESMAA, Bestimmung von Hydroxyprolin in Gewebhydrolysaten 397
 KLÁTEL, M., und O. MIKL, Bestimmung von Kaliumpersulfat in Butadien-Styrol-Latex 304
 KLEITSCH, W. P., siehe KEENAN, P.
 KLIMOVA, V. A., und K. S. ZABRODINA, Bestimmung von Ketogruppen in Ketonen, Ketonsäureestern und Diketonen 450
 KODAMA, M., siehe TANAKA, N.
 KÖRBL, J., siehe HORÁČEK, J.
 KOGAN, V. B., V. M. FRIDMAN und T. G. ROMANOVA, Bestimmung von Fettalkoholen und Kohlenwasserstoffen 449
 KOJČEV, M. K., siehe KAROLEV, A. N.
 KOKES, K., siehe POHL, F. A.
 KOLŠEK, J., M. PERPAR und M. ZUPANIC, Bestimmung von Naphthylaminsulfonsäuren 295
 KOLTA, R., siehe TELEGDY KOVATS, L.
 KOLTHOFF, I. M., und C. J. SAMBU-CETTI, Voltammetrische, potentiometrische und amperometrische Studien an einer rotierenden Aluminiumelektrode 367. — Studien an der rotierenden Aluminium-Drahtelektrode 367
 KOMERS, R., siehe JANÁK, J.
 KONKOLY THEGE, L. I., siehe SCHULEK, E.
 KONONENKO, L. I., siehe POLUEKTOV, N. S.
 KONOPICKY, K., und W. SCHMIDT, Die Emissionserhöhung des Aluminium-Flammenspektrums durch Fluoridionen 262 [Or]
 KOPP, R., siehe PREUSS, F. R.
 KORNFELD, H., siehe HARTLEIF, G.
 KORŠUNOV, I. A., L. N. VERTJULINA und N. I. MALJUGINA, Untersuchung von m-Nitrobenzolsulfonsäure 294
 KOSCIESZA, E., siehe SECREST, P. J.
 KOSIKOWSKI, F. V., siehe SILVERMAN, G. J.
 KOVÁCS, E., und H. GUYER, Verwendung von Natrium-pyrolidindithiocarbaminat zur Bestimmung von Cu, Bi, Sb und Sn 436
 KOVÁCS, P., siehe DZÚRIK, R.
 KOVALEV, I. A., siehe EGOROV, N. P.
 KRASNOVA, Z. A., siehe CIMMERGAHL, V. A.
 KRATOCHVÍL, V., J. LANGNER und R. VLASÁK, Photometrische Bestimmung von Benzidin in der Luft 203
 KRAUSS, W., siehe BRÜGGEMANN, J.
 KRAYBILL, H. R., siehe MITCHELL, J. H.
 KŘIVÁNEK, M., siehe HAVÍŘ, J.
 KRÜGER, K., siehe ZIMMERMANN, G.
 KRÜGER-THEIMER, E., siehe DILLER, W.
 KUBÍNOVÁ, M., Bestimmung von Isopren in Reaktionsgemischen 302
 KUDRNOVSKÁ-PAVLÍKOVÁ, E., siehe ČÍHALÍK, J.
 KUFFNER, F., und D. KALLINA, Trennung der gesättigten isomeren C₈-Alkohole 286
 KUMAGAI, R., siehe NASU, T.
 KUNKEL, R. K., J. E. BUCKLEY und G. GORIN, Bestimmung von Alkanthiolen in Kohlenwasserstoffen 298
 KUNTZE, M., und M. HÄDICKE, Bestimmung des Alkaloidgehaltes von Tinctura Strychni und Tinctura Aconiti 393
 KUZNECOV, I. A., siehe GORŠKOV, V. I.
 KUZNECOV, I. M., E. S. MAKAROV und Z. M. TUROVCEVA, Bestimmung von Sauerstoff in niederen Oxydationsstufen des Titans 148

- KUZNECOV, V. I., und T. V. PETROVA, Bestimmung der Seltenen Erden neben Thorium 144
- LACCETTI, M. A., S. SEMEL und M. ROTH, Bestimmung von organischen Nitraten und Nitraminen 70. — Siehe auch SEMEL, S.
- LACOMBLE, M., siehe MATHIEN, V.
- LACOURT, A., und P. HEYNDRYCKX, Quantitative Papierchromatographie 127
- LADDHA, G. S., siehe RAO, B. K. SADANANDA
- LADY, J. H., G. M. BOWER, R. H. ADAMS und F. P. BYRNE, Bestimmung des Verhältnisses von Methyl- und Phenylgruppen in Silicon-Polymeren 384
- LAL, M., siehe TAIMNI, I. K.
- V. D. LANGERIJT, J. J. A. M., siehe INDEMANS, A. W. M.
- LANGNER, J., siehe KRATOCHVÍL, V.
- LAPIDUS, E. S., siehe NEČAĚVA, E. A.
- LASSNER, E., siehe PÜSCHEL, R.
- LATYŠEVA, E. I., siehe VOLNOV, I. I.
- LAUR, J., siehe DREVON, B.
- LAZAREV, A. I., Nachweis und photometrische Bestimmung von Rhenium 445
- LAZAREV, A. I., und V. I. LAZAREVA, Bestimmung von Zink, Blei und Cadmium in Messing und Bronzen 207
- LAZAREVA, V. I., siehe LAZAREV, A. I.
- LEBEDEV, V. I., Bestimmung von Alkali- und Erdalkalielelementen in Silicatgesteinen 220
- LEDERER, M., Trennung der Seltenen Erden 144
- LEE SMITH, A., und J. A. MCHARD, Bestimmung von siliciumorganischen Verbindungen 287
- LEHMANN, H., Komplexometrische Bestimmung pharmazeutisch verwendeter Calciumsalze 234
- LEITER, L., siehe ROSENBLUM, R.
- LENZ, J., siehe FJOLKA, P.
- LEONARDI, G., E. MARIANI und B. RUMI, Bestimmung sehr geringer Feuchtigkeitsgehalte in Zucker 76
- LERNER, M. W., und G. J. PETRETIC, Abtrennung der Seltenen Erden durch 8-Hydroxychinolinextraktion 219
- LERNER, M. W., und L. J. PINTO, Mikrobestimmung Seltener Erden in den Metallen, Be, Mg, Zr, Ti und U sowie in hochlegierten Stählen 219
- LEV, I. E., Carbidanalyse von weißem Gußeisen 216
- LEVIN, N. W., siehe MENDELSON, D.
- LEWIS, C. L., siehe PLUMMER, M. E. V.
- LIESER, K. H., und H. SCHROEDER, Extraktionsmethode zur raschen Trennung und quantitativen Bestimmung kleiner Mengen Eisen(II) und Eisen(III) 174 [Or]
- LIESMAA, M., siehe KIVIRIKKO, K. I.
- LIN, C. S., siehe STRAUMANIS, M. E.
- LINCOLN, A. J., und E. N. DAVIS, Bestimmung von Platin in Tonerdekatalysatoren 230
- LINCOLN, W. R., siehe BRYAN, J. T.
- LING, SU-YU, siehe ZLATKIS, A.
- LINGANE, J. J., siehe BARD, A. J.
- LINK, W. E., H. M. HUCKMAN und R. A. MORRISSETTE, Gaschromatographische Analyse von Fettsäuremischungen aus Sojabohnenöl, Leinsamen und Walratöl 307
- LISITZKY, S., siehe MIRANDA, F.
- LIVINGSTON, A. L., siehe LYMAN, R. L.
- LOCK, P. A., siehe SLOANE-STANLEY, G. H.
- LOCKYER, L., und G. E. HAMES, Bestimmung von Silber, Gold, Platin, Rhodium und Palladium 140
- LONG, D. R., und R. W. NEUZIL, Bestimmung von Octalinisomeren nebeneinander 237
- LOTT, K. A. K., siehe GRIFFITHS, T. R.
- LOVELAND, J. W., R. W. ADAMS, H. H. KING jr., F. A. NOWAK und L. J. CALL, Spektralphotometrische Titration von Kohlendioxyd in Gasen 204
- LOY, H. W., und W. W. WRIGHT, Bestimmung von Aminosäuren, Vitaminen und Antibiotica 320
- LUCCESI, C. A., siehe HIRN, C. F.
- LUKE, C. L., Bestimmung von Spuren Selen oder Tellur in Blei oder Kupfer 378. — Bestimmung von Schwefel in Eisen und Stahl 380
- LUKŠA, E. A., siehe BANKOVSKIJ, JU. A.
- LYMAN, R. L., E. M. BICKOFF, A. N. BOOTH und A. L. LIVINGSTON, Nachweis von Coumestrol in Leguminosen 462
- MA, T. S., siehe MAURMEYER, R. K.
- MCBRIDE, W. R., siehe BENS, E. M.
- MCCURDY jr., W. H., W. J. A. VANDEN HEUVEL und A. R. CASAZZA, Trennung von Kupfer, Cadmium und Zink 139
- MC EWEN, D. J., und TH. DE VRIES, Polarographische und amperometri-

- sche Bestimmung von Uran(IV) 445
- McGLOTTEN, J., siehe KABASAKALIAN, P.
- McHARD, J. A., siehe LEE SMITH, A.
- McLAREN, K. G., Bestimmung von Magnesium in Gußeisen 214
- MAGGIORELLI, E., Spektrophotometrische Bestimmung von Camphersäure 458
- MAIER, R. H., siehe BULLOCK, J. S.
- MAJER, J., siehe TÖLGYESSY, J.
- MAJUMDAR, A. K., und M. M. CHAKRABARTY, Bestimmung von Palladium mit 2-Mercaptobenzthiazol und 2-Mercaptobenzimidazol 157
- MAJUMDAR, A. K., und J. G. SEN GUPTA, Spektrophotometrische Bestimmung von Osmium mit Sulfanilsäure 446. — Bestimmung von Osmium, Platin und Ruthenium 157
- MAJUMDAR, A. K., und B. K. MITRA, Bestimmung einiger Metalle durch Hochfrequenztitration 369
- MAJUMDAR, A. K., und A. K. MUKHERJEE, Hochfrequenztitrimetrische Silberbestimmung 368
- MAJUMDAR, A. K., und B. K. PAL, Paper Chromatography in the Separation of Ions. Separation of Alkali and Alkaline Earth Metals 429 [Or]
- MAJUMDAR, A. K., und C. P. SAVARIAR, 0-Carboxyphenyl Azo Chromotropic Acid (Sodium Salt) as an Analytical Reagent. Part I. Chelatometric Titration of Thorium, Zirconium und Iron 197 [Or]. — 0-Carboxyphenyl Azo Chromotropic Acid (Sodium Salt) as an Analytical Reagent. Part II. Spectrophotometric Determination of Thorium und Aluminium 269 [Or]. — Photometrische Eisenbestimmung 153. — Spektralphotometrische Bestimmung von Osmium mit Tiron 446
- MAKAROV, E. S., siehe KUZNECŮV, I. M.
- MALISSA, H., und A. A. BENEDETTI-PICHLER, Anorganische qualitative Mikroanalyse 125 [L]
- MALISSA, H., und E. SCHÖFFMANN, Bestimmung von Vanadium 382
- MALJUGINA, N. I., siehe KORŠUNOV, I. A.
- MALMSTADT, H. V., und T. P. HADJIOANNOU, Bestimmung von Kupfer und Zink in Messing und Bronze 206
- MALMSTADT, H. V., und D. A. VASSALO, Automatische Titration von organischen Säuren und anderen sauer reagierenden Stoffen 61
- MANKE, G., siehe KAUFMANN, H. P.
- MARCINKA, K., Bestimmung von Calcium in Eierschalen 396
- MARGOSHES, M., siehe THIERS, R. E.
- MARGOSIS, M., siehe MAURMEYER, R. K.
- MARIANI, E., siehe LEONARDI, G.
- MARINKOVIĆ, M. D., Bestimmung von Thorium im Gleichstrombogen 225
- MARKUNAS, P. C., siehe CUNDIFF, R. H.
- MAROS, L., siehe SCHULEK, E.
- MARSHALL, L. M., siehe DONALDSON, K. O.
- MARTIN, F., und A. FLORET, Bestimmung einzelner Elemente in organischen Substanzen 202
- MARTON, L., siehe KERESZTÉNY, B.
- MASSON, M., siehe MOUTON, M.
- MATHESON, L. A., und N. NICHOLS, Oscillopolarographische Bestimmung von Zink 301
- MATHIEN, V., M. LACOMBLE und L. CHARLET, Erfahrungen mit Spektrographen in einem belgischem Stahlwerk 214
- MATRKA, M., F. NAVRÁTIL und B. SMETANA, Bestimmung von Anthrachinonsulfonsäuren in Form ihrer Benzidinsalze 295
- MATRKA, M., und Z. SÁGNER, Bestimmung von aromatischen Diaminen mit Natriumnitrit 69
- MATT, F., siehe HEIMANN, W.
- MAURMEYER, R. K., M. MARGOSIS und T. S. MA, Mikrobestimmung schwacher organischer Säuren in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 62
- MEDITSCH, J. O., siehe OHLWEILER, O. A.
- MEGREGAN, S., Photometrische Bestimmung von Fluor 314, 447
- MEHLTRETTER, C. L., siehe WISE, C. S.
- MEHROTRA, R. C., siehe SHARMA, N. N.
- MEYER, J., siehe JORDAN, J.
- MEINKE, W. W., siehe DE VOE, J. R.
- MEITES, L., Coulorimetrische Analyse mit kontrolliertem Potential 432
- MENDELSON, D., und N. W. LEVIN, Bestimmung des Gesamtwassergehaltes des Körpers 310
- MERCK, E., Chemisch-technische Untersuchungsmethoden der Zellstoff- und Papierfabrikation 377 [L]
- MERGENTHALER, E., Bestimmung der Rohfaser in Lebensmitteln 74
- MERZ, W., siehe ABRAHAMCZIK, E.
- METCALFE, L. D., siehe HIMES, J. B.
- METLER, A. V., siehe HUCKABAY, W. B.
- VAN MEURS, N., und E. A. M. F. DAHMEN, Bestimmung zweibasischer Carbonsäuren in nichtwäßrigen Lösungen 451

- MEYER, H., siehe EISENBRAND, J.
- MEYER, V., Verteilung der Essigsäure im Garbad von Marinaden und Bestimmung der Säure durch Wasserdampfdestillation 454
- MICHAL, J., siehe ŠULCEK, Z.
- MICHL, H., und G. HÖGENAUEB, Papierionophorese mit großem Spannungsfälle zur Trennung von Säuren, die beim Abbau mit Kaliumpermanganat entstehen 371
- MIRL, O., siehe KLÁTIL, M.
- MILLER, F. J., und P. F. THOMASON, Titration von Uran(IV) mit Kaliumdichromat 440. — Siehe auch ZITTEL, H. E.
- MILLETTI, M., Nachweis von Ascorbinsäure in Extrakten von Hibiscus sabdariffa L. 235
- MILLETTI, M., F. DOBE und S. PALMIERI, Bestimmung farbiger Stoffe in Extrakten von Hibiscus sabdariffa L. 234
- MILLNER, O. I., R. J. ZAHNER, L. S. HEPNER und W. H. COWELL, Bestimmung von Stickstoffspuren in Erdölfraktionen 80
- MILLS, R. S., siehe SCHROEDER, W. A.
- MILNE, J., Bestimmung von Phenothiazinderivaten 387
- MIRANDA, F., und S. LISSITZKY, Papierchromatographische Trennung einiger Guanidinderivate 65
- MIRONE, P., und G. ROSSI, Spektrophotographische Bestimmung von Spurenelementen in Böden 226
- MISUMI, S., und T. TAKETATSU, Komplexometrische Titration des Berylliums 140
- MITCHELL, J. H., H. R. KRAYBILL und F. B. ZSCHEILE, Bestimmung von Linol- und Linolensäure 451
- MITRA, B. K., siehe MAJUMDAR, A. K.
- MITSUOKA, K., siehe OKAMOTO, T.
- MOCHOV, L. A., Ju. F. UDALOV und V. S. CHALTURIN, Bestimmung von Stickoxyden in der Luft 202
- MONTEQUÍ, R., und M. F. SANTISO, Bestimmung von Methadon, Diparcol und Largactil 240
- MOEGAN, D. M., und K. J. KINGSBURY, Hydroxamsäuremethode zur Bestimmung der Gesamtfettsäureester im Plasma 397
- MORITO, N., siehe OKAMOTO, J.
- LO MORO, A., siehe BOVALINI, E.
- MOBOZOV, A. A., siehe OLENOVIČ, N. L.
- MOEPAIN, R., und S. COURTECTISSE, Hochfrequenz-Titriergerät 434
- MORRIS, A. G. C., Untersuchung von Bariumsulfat 437
- MORRIS JR., W. W., siehe WILKIE, J. B.
- MORRISSETTE, R. A., siehe LINK, W. E.
- MOSS, P., und A. J. THOMAS, Nachweis von benzoiden Verbindungen auf Papierchromatogrammen 292
- MOTTA-DE-MAÑANA, H. A., Bestimmung von Aspirin, Salicylamid, Phenacetin, Pyramidon und Coffein 458
- MOTTIER, M., Bestimmung von 22 Aminosäuren, Carnosin und Proteinhydrolysaten auf Aluminiumoxyd-Platten 319
- MOUNTER, L. A., siehe WILLIAMS, R. C.
- MOUTON, M., und M. MASSON, Bestimmung von p-Hydroxypropiphenon in pharmazeutischen Zubereitungen 386
- MUKAEWAKI, K., Photometrische Schnellbestimmung von Niob 216
- MUKAI, K., und K. GOTO, Bestimmung von Aluminium und Fluorid nebeneinander 438
- MUKHERJEE, A. K., siehe MAJUMDAR, A. K.
- MULDER, G. J., Mikrobestimmung von Fluorid in Urin 314
- MULDER, G. J., und E. M. AARTS, Fluoridbestimmung in Calciumphosphat 229
- MUNOZ, J. J., Immunologische Nachweismethoden 315
- MURATA, K. J., siehe DUTRA, C. W.
- MURATA, T., siehe SHINAGAWA, M.
- MURTY, B. V. S. R., siehe RAO, G. GOPALA
- MYERS, N. A., Trennung von Strontium-90 von Calcium in Milch 160
- NAHUM, L. Z., siehe GASLINI, F.
- NAKAI, T., S. YAJIMA, I. FUJII und M. OKADA, Bestimmung von Verunreinigungen in Silicium 210
- NAKAJIMA, Y., siehe OKAMOTO, J.
- NALIMOV, V. V., siehe ŠEVALEEVSKIJ, I. D.
- NARAYANAN, U. H., siehe DOSS, K. S. G.
- NASU, T., und R. KUMAGAI, Titration von Zink mit Methyrol als Adsorptionsindicator 438
- NAVRÁTIL, F., siehe MATRKA, M.
- NAZARENKO, V. A., siehe BIRJUK, E. A.
- NEALE, E., und B. J. PERRY, Probenahme im Gelände und Analyse von Nervengasen 307
- NEBBIA, G., Bestimmung von Ascorbinsäure 77

- NEČAEVA, E. A., und E. S. LAPIDUS, Bestimmung der Summe von Aluminium und Titan in Schamotten und Tonen 229
- NEEB, K. H., Flammenphotometrische Bestimmung geringer Natriumgehalte in Aluminiummetall 328 [Or]
- NELSON, N. A., siehe RESSLER, N.
- NEUGEBAUER, J., siehe HEGEDÜS, A.
- NEUZIL, R. W., siehe LONG, D. R.
- NEVILLE, R. G., siehe CLARK, R. E. D.
- NEWELL, J. E., siehe HILTON, C. L.
- NICHOLS, N., siehe MATHESON, L. A.
- NICHOLSON, D. E., IR-Analyse ein- und mehrbasischer aromatischer Carbonsäuren 295
- NICKLESS, G., siehe POLLARD, F. H.
- NIEDERLAND, T. R., siehe DZÚRIK, R.
- NIEDERMAIER, T., Einfache und universell anwendbare Arbeitstechnik zur Handhabung luft- und feuchtigkeitsempfindlicher Substanzen 407 [Or]
- NIEDIECK, B., Bestimmung des Gesamt oxalattestes in Blattgemüse 301
- NIGAM, H. L., siehe KAPOOR, U.
- NIMOTO, A., siehe ZEITLIN, H.
- NIKONOVA, M. P., siehe POLUEKTOV, N. S.
- NOWAK, F. A., siehe LOVELAND, J. W.
- NOWAK, G. A., Prüfung von Nagellacken und Betriebskontrolle 310
- ÖBRINK, K. J., und H. R. ULFENDAHL, Analyse binärer Radionuclid-Mischungen 129
- OEHME, F., Über die Dielektrizitätskonstante als analytische Kennzahl 431
- OELSCHLÄGER, W., Spektralphotometrischer Bestimmung sehr geringer Mengen Zinn in biologischen und anderen Materialien 241 [Or]
- OESTERLING, M. J., siehe TSE, R. L.
- OHLWEILER, O. A., und J. O. MEDITSCH, Photometrische Bestimmung von Cyanid 440
- OKADA, M., siehe NAKAI, T.
- OKAMOTO, J., M. KAKUTA, N. MORITO, Y. NAKAJIMA, H. TSUYAMA und H. ONUKI, Isotopische Zusammensetzung von Zink 369
- OKAMOTO, T., und K. MITSUOKA, Trennung der Aconitum-Alkaloide an Ionenaustauschern 394
- OKASHITA, H., siehe SHINAGAWA, M.
- OLENOVIČ, N. L., A. MOROZOV und E. G. SIRICOVA, Fällungschromatographische Trennung der Kationen in Form ihrer Sulfide 130
- OLIVEIRA MEDITSCH, J., siehe OHLWEILER, O. A.
- OLVER, J. W., und D. N. HUME, Polarographie von Blei in Hydroxyd- und in Cyanidlösung 441
- OMODEI SALÉ, G., siehe BRASCHI, A.
- O'NEILL, H. J., siehe DUPRAW, W. A.
- ONUKI, H., siehe OKAMOTO, J.
- OOSTING, M., Verlauf der Extraktion mit Lösungsmitteln 371
- ORLOVA, L. M., Trennung von Kobalt und Mangan 446
- OSTEN, W., Aciditätsbestimmung des Magensaftes 461
- PADMOYO, M., und O. HÖGL, Nachweis der Verfälschung von Frauenmilch durch Kuhmilch 374
- PAL, B. K., siehe MAJUMDAR, A. K.
- PALMIERI, S., siehe MILETTI, M.
- PAN, S. C., Nachweis von Flecken verschiedenster organischer Verbindungen auf Papierchromatogrammen mit Joddampf 128
- PANČENKOV, G. M., siehe GORŠKOV, V. I.
- PATCHORNIK, A., und S. EHRLICH-ROGOZINSKI, Bestimmung von organischen Säuren, Säureanhydriden, Acylhalogeniden, starken anorganischen Säuren und reaktiven Alkylhalogeniden 60
- PATZEK, T., Nachweis von Peroxyden 75
- PAUL, A. D., und J. A. GIBSON jr., Nachweis von Kalium als Tetraphenylborat 138
- PAVLINOVA, A. V., und B. I. BERNŠTEIN, Bestimmung der wasserlöslichen Aluminiumsalze in Bodenproben 226
- PAWELKE, G., siehe ZIECHMANN, W.
- PEER, H. G., Trennung und Bestimmung der bei der Reaktion von Phenol mit Formaldehyd auftretenden Reaktionsprodukten 302
- PENDERGRAST, J., siehe JORDAN, J.
- PEREIRA, R. S., Oxalattest in Blättern 301
- PERKIN, J. L., siehe COLEMAN, R. F.
- PERPAR, M., siehe KOLŠEK, J.
- DI PERRI, T., G. RAVENNI und M. RUBEGNI, Papierchromatographische Ermittlung von Cortison, Hydrocortison und Aldosteron in biologischen Flüssigkeiten 463
- PERRON, R., und A. POURCHEZ, Trennung höherer aliphatischer, benachbarter gesättigter, paariger und unpaariger Monocarbonsäuren 288

- PERRY, B. J., siehe NEALE, E.
- PÉTER, F., Polarographische Untersuchung der m-Nitrobenzolsulfonsäure 294
- PETERSEN, K., siehe ASSARSSON, G. O.
- PETIT, J. F., siehe GARIN-BONNET
- PETRETIC, G. J., siehe LERNER, M. W.
- PETRIKOVA, M. N., Bestimmung von Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- , SO_4^{2-} im Zellsaft von *Ethmodiscus rex* 311
- PETROVA, T. V., siehe KUZNECOV, V. I.
- PEVZNER, K. S., siehe ČERNICHOV, JU. A.
- PIERSON, R. H., siehe FLETCHER, A. N.
- PIETRZYK, D. J., siehe FRITZ, J. S.
- PIETSCH, A., siehe BÜCHNER, M.
- PIETSCHMANN, E., Papierchromatographische Bestimmung der Fremdfettmengen der Kokosfettgruppe in Schokolade und deren Zubereitungen 373
- PIGNARD, P., siehe GAUTIER, J. A.
- PILLERI, R., und M. VIETTI-MICHELINA, Gaschromatographische Analyse von Pyridin-Nicotinmischungen 172 [Or]. — Siehe auch CASTIGLIONI, A.
- PINTO, L. J., siehe LERNER, M. W.
- VAN PINXTEREN, J. A. C., Fluoridbestimmung mit Eriochromcyanin oder Natriumalizarinsulfonat 445
- PITTET, A. O., siehe JONES, J. K. N.
- PLASTININ, V. V., Quantitative Bestimmung von Al, Si, Mg, Fe, Mn und Ca in Glimmern 220
- PLEASANTS, S. W., C. M. HAYNES und L. S. HARROW, Spektrophotometrische Bestimmung der Gesamt-Nicotin-Alkaloide im Tabakrauch 390
- PLEIN, E. M., siehe SORBY, D. L.
- DU PLESSIS, L. A., und A. H. SPONG, Verdrängung von Feuchtigkeit aus dem Trägermaterial durch Ammoniak 365
- PLOTNIKOV, V. I., Trennung von 4- und 6wertigem Selen 444
- PLUMMER, M. E. V., C. L. LEWIS und F. E. BEAMISH, Bestimmung von Platin und Palladium in Erzen und Konzentraten 224
- POHL, F. A., K. KOKES und W. BONSELS, Zur photometrischen Bestimmung von Spuren Bor im Silicium 6 [Or]
- POHLOUDEK-FABINI, R., und G. BROCKELT, Bestimmung von Cyanocobalamin in pharmazeutischen Spezialitäten 387. — Siehe auch BROCKELT, G.
- POLHILL, R. D. A., siehe JOHNSON, E. I.
- POLJAK, L. JA., siehe BUSEV, A. I.
- POLLARD, F. H., A. J. BANISTER, W. J. GEARY und G. NICKLESS, Papierchromatographische Trennung des Kobalt-2-chlorides von anderen Elementen 154
- POLLERBERG, J., siehe HEINERTH, E.
- POLONOVSKI, J., siehe ROBERT, L.
- PÓLOS, L., siehe ERDEY, L.
- POLUEKTOV, N. S., und L. I. KONONENKO, Colorimetrische Bestimmung von Rhenium in Molybdäniten 223
- POLUEKTOV, N. S., und M. P. NIKONOVA, Flammenphotometrische Bestimmung von Seltenen Erden 439
- PONOMAREV, A. I., und A. A. ASTANINA, Bestimmung von Stickstoff in Metallen und Legierungen 205
- POPOFF, A., Bestimmung von Kupfer in Wasser-Alkoholgemischen und in Branntweinen 158
- POPOVICI, N., siehe STERESCŪ, M.
- PORTER, P. E., siehe DIMBAT, M.
- POURCHEZ, A., siehe PERRON, R.
- PRATT III, S. A., siehe SASTRY, T. P.
- PREUSS, F. R., und R. KOPP, Papierchromatographische Trennung von 1-Äthynyl-cyclohexylcarbinat, 1-Äthynyl-cyclohexyl-allophanat und ihren Stoffwechselprodukten aus Harn 394
- PŘIBIL, R., und K. BURGER, Bestimmung von Thorium neben anderen Metallen 145
- PRIDHAM, J. B., siehe DE BELDER, A. N.
- PŠENICYN, N. K., N. A. EZERSKAJA und M. B. BARDIN, Literaturübersicht über die polarographische Bestimmung und amperometrische Titration von Edelmetallen 155
- PUCINI, L., siehe BOVALINI, E.
- PÜSCHEL, R., und E. LASSNER, Über die Verwendung von metallspezifischen Indicatoren bei Fällungstitionen. VI. Direkte, volumetrische Schnellbestimmung von Phosphation mit Cer(III)-maßlösung nach Abtrennung störender Metallionen mit Hilfe von Ionenaustauschern 1 [Or]
- PUNGOR, E., siehe SCHULEK, E.
- PURR, A., Nachweis für handelsübliche Fremdfette in Kakaobutter und Schokolade 372
- RAAEN, V. F., siehe EASTHAM, J. F.
- RÁDY, M., siehe SZEKERES, L.
- RAFOLS-ROVIRA, J. M., siehe GÓMEZ-VELASCO, H.
- RAIBLE, K., Erfahrungen mit der Filtrierpapiermethode zur Schnell-

- prüfung von Konservierungsmitteln gegen Schimmelpilze 456
- RAISCH, M., Bestimmung von Fluor in Wein 159
- RAMSAY, W. N. M., Bestimmung des Serumeisens 314
- RAO, B. K. SADANANDA und G. S. LADDHA, Simultaneous Determination of Dichromate and Cupric Ions 324 [Or]
- RAO, G. GOPALA, und B. V. S. R. MURTY, Vanadametry. Determination of Uric Acid 44 [Or]
- RAVENNI, G., siehe DI PERRI, T.
- RAY, N. H., Verwendung von Trägergasen in der Gaschromatographie 365
- RESSLER, N., N. A. NELSON und I. M. SMITH, Verwendung des künstlichen Standards bei der Hämoglobinbestimmung 464
- ŘEZAČ, Z., und J. DVOŘÁK, Über den Einfluß des Vanadiums auf die Calciumemission in der Flamme 96 [Or]
- RICHARD, J. J., siehe BANKS, CH. V.
- RICK, W., siehe HERRMANN, R.
- RIFFART, H., und H. KELLER, Photo-metrische Cholesterinbestimmung 374
- RIGOT, R. H., Waschapparatur für sehr wenig lösliche chemische Substanzen 136
- RILEY, J. P., siehe BURTON, J. D.
- RINCK, E., Bestimmung von Fluorid 314
- ROBERT, L., R. GOLDSTEIN und J. POLONOVSKI, Bestimmung von Detergens Désogène 309
- ROBERTS, H. R., Bestimmung von Aminosäuren 318
- ROBINSON, E. A., Bestimmung von Cystin mit p-Aminodimethylanilin 320
- ROBINSON, J. W., siehe BARTKIEWICZ S. A.
- ROCSIN, M., siehe CIUHANDU, GH.
- RODDEN, C. J., Bestimmung von Seltenen Erden als Oxinate 219
- ROGINSKAJA, C. N., und A. I. FINKEL' ŠTEJN, Spektrophotometrische Bestimmung von organischen Verbindungen durch Absorption im Infrarot 56
- ROMANOVA, T. G., siehe KOGAN, V. B.
- ROMIJN, H. M., Nachweisreaktion für Barbiturate 236. — Untersuchung von 21 Sulfaverbindungen 457
- ROOS, J. B., und A. VERSNEL, Bestimmung von Sorbinsäure in Margarine und Butter 453
- ROSENBERGER, H. M., und C. J. SHOE-MAKER, Bestimmung von Nitro-cellulose in Gegenwart von Celluloseharzen 383
- ROSENBLUM, R., M. WOLFMAN und L. LEITER, Bestimmung des Gesamt- α -Aminosäurestickstoffes im Plasma 318
- ROSENTHAL, H.* L., und L. JUD, Bestimmung von Sulfisoxalol und Sulfadimethoxin in Blut und Serum 461
- ROSOTTE, R., und E. JAUDON, Bestimmung kleiner Gehalte an Niob und Tantal ist rostfreien Stählen 217
- ROSSI, G., siehe MIRONE, P.
- ROTH, L., Präparative Papierschreiben-Säulenchromatographie 136
- ROTH, M., siehe LACCETTI, M. A., sowie SEMEL, S.
- ROTHER, M., und B. THOMAS, Bestimmung der Aromastoffe von Brot 454
- ROTHHERZ, I., siehe BALDINUS, J. G.
- ROZOVA, M. I., und F. N. STOLJAROVA, Trennung von Nitroparaffinen 450
- RUBENI, M., siehe DI PERRI, T.
- RUFFIN, R. S., siehe WILLIAMS, R. C.
- RUMI, B., siehe LEONARDI, G.
- RUMLER, F., R. HERBOLSHEIMER und G. WOLF, Bestimmung von Barium und Sulfat 437
- RUTHVEN, C. R. J., siehe SANDLER, M.
- RUŽIČKOVÁ, J., siehe DUŠINSKÝ, G.
- RYBÍN, R., siehe SEDLÁČEK, B. A. J.
- SÁGNER, Z., siehe MATRKA, M.
- SAHA, S. N., siehe DATTA, S. K.
- ST. CLAIR GANTZ E., siehe FLETCHER, E. N.
- SALESIN, E. D., und L. GORDON, Bestimmung von Nickel 446
- SALVISEBERG, M., siehe DIEMAIR, W.
- ŠAMACHMUDOVA, T. B., siehe ŽDANOV, A. K.
- SAMBUCETTI, C. J., siehe KOLTHOFF, I. M.
- SÁNCHEZ-PEDREÑO-MARTÍNEZ, C., siehe SIERRA, F.
- SANDLER, M., und C. R. J. RUTHVEN, Bestimmung von 3-Methoxy-4-hydroxymandelsäure im Harn 399
- SANDRI, G., Nachweis von Anabasin, Unterscheidung von Nicotyrin und Nicotin 390
- SANT'AGOSTINO, L., siehe SENISE, P.
- SANTISO, M. F., siehe MONTEQUI, R.
- SANYAL, S., Trennung von Kupfer/Cadmium ohne Verwendung von Cyanid 133
- SANZ, M. C., Physikalisch-chemische Grundlagen und apparative Neu-

- entwicklung in der quantitativen Ultramikroanalyse 132
- ŠARŠŮNOVÁ, M., siehe TÖLGYESSY, J.
- SASLAW, L. D., siehe WARAVDEKAR, V. S.
- SASTRY, T. P., und S. A. PRATT, III, Mixed Indicators of Methyl Red with Sulfonated Phthalocyanines 359 [Or]
- SATO, F., siehe ITSUKI, K.
- SAVARLAR, C. P., siehe MAJUMDAR, A. K.
- SAVIN, S. B., Photometrische Bestimmung von Thorium und Uran mit Arsenazo III 439
- SAWICKI, E., und R. BARRY, Farbreaktionen zum Nachweis polykernaromatischer Kohlenwasserstoffe 293
- SAWICKI, E., T. W. STANLEY und T. R. HAUSER, Nachweis primärer aromatischer Amine 294
- SCHARFE, G., Analyse kohlenwasserstoffhaltiger Gase durch Gaschromatographie 365
- SCHERHAUFER, A. M., Die Kupellation der Gold-Aluminiumlegierungen 352 [Or]
- SCHIMMEL, K., siehe BÜCHNER, M.
- SCHMIDT, HA., siehe v. STACKELBERG, M.
- SCHMIDT, HE., Bestimmung von Sorbinsäure 78
- SCHMIDT, W., siehe KONOPICKY, K.
- SCHNEPPE, M., siehe GRIMALDI, F. S.
- SCHNOPFER, I., J. O. BROUSSARD und C. K. LA FORGIA, Röntgen-Pulverbeugungsdiagramme von Naphthol AS 452
- SCHÖFFMANN, E., siehe MALISSA, H.
- SCHÖNIGER, W., Fortschritte der quantitativen organischen Mikroelementaranalyse 201. — Derzeitiger Stand der Mikroanalytischen Bestimmung funktioneller Gruppen organischer Verbindungen 57
- SCHOLES, I. R., siehe WOOD, D. F.
- SCHROEDER, H., siehe LIESER, K. H.
- SCHROEDER, W. A., L. M. KAY und R. S. MILLS, Bestimmung von Aminosäuren 319
- SCHROLL, E., siehe JANDA, I.
- SCHULEK, E., und A. ENDRÖI-HAVAS, Beiträge zur gravimetrischen Phosphatbestimmung 90 [Or]
- SCHULEK, E., und L. MAROS, Analytik der Aldehyde 59
- SCHULEK, E., E. PUNGOR, J. TROMPLER und L. I. KONKOLY THEGE, Alkoholtension in den Systemen Äthanol-Wasser-Calciumchlorid und Äthanol-Calciumchlorid 370
- SECOR, G. E., siehe WHITE, L. M.
- SECREST, P. J., und B. KOSCIESZA, Bestimmung von p-tert. Butylbenzoesäure in Alkydharzen auf Kokosfettsäurebasis 301
- SEDLÁČEK, B. A. J., und R. RYBÍN, Bestimmung des Ranzigkeitsgrades von Fetten 75
- SEHER, A., Bestimmung von Glycerin 65. — Nachweis synthetischer Antioxydantien in Speisefetten 373
- SEIDEMANN, J., siehe FELDHEIM, W.
- SELIGSON, D., und H. SELIGSON, Bestimmung von Ammoniak in Plasma und Blut 313
- SELIGSON, H., siehe SELIGSON, D.
- SEMER, S., M. A. LACCETTI und M. ROTH, Bestimmung von Hexahydro-1,3,5-trinitro-s-triazin und Octahydro-1,3,5,7-tetranitro-s-tetrazin 453. — Siehe auch LACCETTI, M. A.
- SEN, B., Bestimmung von Gold mit Phenyl- α -Pyridyl-Ketoxim 436
- SEN GUPTA, J. G., siehe MAJUMDAR, A. K.
- SENISE, P., und L. SANT'AGOSTINO, Bestimmung von Germanium 146
- SENKOWSKI, B. Z., E. G. WOLLISH und E. G. E. SHAFER, Bestimmung von organisch gebundenem Fluor 447
- SERF, R. M., siehe TOBIAS, J.
- ŠEVALEEVSKI, I. D., V. V. NALIMOV und E. E. VAINŠTEIN, Fehler der Röntgenspektalanalyse 125
- ŠEVČENKO, V. I., und E. N. ALPATOV, Isolierung nichtmetallischer Einschlüsse von der Oberfläche polierter Schiffe 206
- SHABTAI, J., J. HERLING und E. GILAV, Gaschromatographische Analyse von Methylcyclopenten, Methylen-cyclopentan, Äthylcyclopenten und Äthylidencyclopentan 72
- SHAFER, E. G. E., siehe SENKOWSKI, B. Z.
- SHAKIR, K., siehe ZAKI, M. R.
- SHARMA, N. N., und R. C. MEHROTRA, Cerate Oxidimetry Part V Oxidation of Mixtures of Citric and Oxalic Acids 35 [Or]
- SHINAGAWA, M., T. MURATA und H. OKASHITA, Polarographische Bestimmung von Uran 440
- SHOEMAKER, C. J., siehe ROSENBERGER, H. M.
- SIERRA, F., G. ASENSI und C. SÁNCHEZ-PEDREÑO-MARTÍNEZ, Verwendung von Adsorptionsindikatoren in der Komplexometrie 134

- SILVERMAN, G. J., A. G. WOLIN und F. V. KOSIKOWSKI, Bestimmung von Salz in Käse 455
- SIMMONS, C., siehe GOLDSTEIN, M.
- SIRICOVA, E. G., siehe OLENOVIČ, N. L.
- SKERRETT, E. J., und E. A. BAKER, Farbreaktion für Dieldrin und Endrin 307
- SKOLIK, J., siehe WIEWIÓROWSKI, M.
- SLOANE-STANLEY, G. H., Bestimmung von frei gewordenem Jod 397
- SLOANE-STANLEY, G. H., und P. A. LOCK, Einfluß des pH -Wertes und der Temperatur auf die Perjodat-Inositolreaktion 396
- SMETANA, B., siehe MATRKA, M.
- SMITH, B., Gaschromatographische Analyse verschiedener aromatischer Lösungsmittel 433
- SMITH, G. F., siehe DIEHL, H.
- SMITH, H., Bestimmung von Arsen in biologischem Material durch Aktivierungsanalyse 313
- SMITH, I. M., siehe RESSLER, N.
- SNYDER, L. J., Bestimmung von Blei in Lebensmitteln 72
- SOBOTKA, M., und H. TRUTNOVSKY, Mikrobestimmung von Carbonylgruppen 58
- SOGANI, N. C., siehe GUPTA, H. K. L.
- SOLDATENKO, E. M., siehe BOGOJAVLENSKIJ, K. A.
- SOMMER, G., siehe THALER, H.
- SORBY, D. L., und E. M. PLEIN, Bestimmung der aus Salben durch die Haut absorbierten Quecksilber-Präcipitatenmengen 313
- SOSSI, F., siehe CASADIO, S.
- DE SOUSA, A., The Complexometric Determination of Bromides and Bromates in the Presence of Each Other 337 [Or]
- SPACU, P., und C. GHEORGHIU, Neue mikrogravimetrische Methoden für die Bestimmung des Osmiums 340 [Or]
- SPACU, P., C. GHEORGHIU und EL. ANTONESCU, Über die Bestimmung des Hexathiocyanatochrom(III)-ions 81 [Or]
- SPACU, P., und C. IANCU, Colorimetrische Bestimmung von Chinin, Cinchonin, Brucin und Strychnin 87 [Or]
- SPACU, P., und GR. TEODORESCU, Eine volumetrische Bestimmungsmethode für Nitrofurane 321 [Or]
- SPECKER, H., M. CREMER und E. JACKWERTH, Extraktionsmechanismus bei Verteilungsverfahren in der anorganischen Analyse 129
- SPEECKE, A., und J. HOSTE, Trennung von Niob und Tantal durch Anionen-austausch 442
- SPONG, A. H., siehe DU PLESSIS, L. A.
- V. STACKELBERG, M., und HA. SCHMIDT, Neue Wege der Polarographie 432
- STÄRK, H., siehe BORN, H.-J.
- STANLEY, T. W., siehe SAWICKI, E.
- STEELE, M. C., und L. J. ENGLAND, Bestimmung von Nickel in Kupfer-Nickellegierungen 207
- STEHRE, E., Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff mit automatischer Verbrennungskontrolle 201
- STEINGISER, S., W. C. DARR und E. E. HARDY, Kontinuierliche Registrierung des Konzentrationsverhältnisses der isomeren 2,4- und 2,6-Toluoldiisocyanate 292
- STEPANJUK, E. I., siehe ALIMARIN, I. P.
- STEPHEN, W. J., siehe BELCHER, R.
- STERESCU, M., und N. POPOVICI, Identifizierung und Bestimmung von Atropin und Scopolamin in Gegenwart von Papaverin und Spartein 391
- STERNGLANZ, P. D., siehe BROOKS, R. T.
- STOCK, J. T., siehe WILLIAMS, T. R.
- STOLJAROV, K. P., und N. N. GRIGORJEV, Luminescenznachweis von Zinn 148
- STOLJAROVA, F. N., siehe ROZOVA, M. I.
- STRACHE, F., Bestimmung von HCH und DDT in Mischungen in Handelspräparaten 306. — Fluorimetrische Bestimmung des Chinins im Tonic Water 392
- STRANGE, B., siehe ANDERSEN, C. J.
- STRAUMANIS, M. E., C. S. LIN und W. J. JAMES, Determination of Hydrogen in Oxygen Containing Zirconium Hydrides by the Hydrogen Evolution Method 345 [Or]
- STROHECKER, R., siehe HEIMANN, W.
- STRONG, F. M., siehe CLAYTON, R. A.
- STROSS, F. H., siehe DIMBAT, M., sowie FREDERICKS, E. M.
- STUBBS, M. F., Qualitative anorganische Analyse 130
- ŠULCEK, Z., J. MICHAL und J. DOLEŽAL, Schnellebestimmung kleiner Uranmengen in mineralischen Rohstoffen 380
- SUN, SHIOU-CHUAN, Bestimmung von Aluminium, Silicium und Eisen in den Flotationsprodukten von Tonen und Bauxiten 221
- SUNDARARAJAN, K., siehe DOSS, K. S. G.
- SUSI, H., Bestimmung der Lage der Doppelbindungen zwischen den Koh-

- lenstoffatomen C_6-C_{11} in einfach ungesättigten trans-Octadecensäuren 64
- SUZUKI, F., siehe ITSUKI, K.
- SYMONS, M. C. R., siehe GRIFFITHS, T. R.
- SZABADVÁRY, F., Ursprung und Entwicklung der Säure-Base-Indikatoren 369
- SZABOLCS, E., und G. VASTAGH, Bestimmung von Glutarsäureimid-Abkömmlingen 235
- SZEKERES, L., und M. RÁDY, Bestimmung von Jodidion neben Arsenationen 151
- TAIMNI, I. K., und I. S. AHUJA, Schema der qualitativen Analyse unlöslicher Substanzen 132
- TAIMNI, I. K., und M. LAL, Qualitative Analyse von Anionen 131
- TAIMNI, I. K., und S. N. TANDON, Bestimmung von Zink als Sulfid 141
- TAKETATSU, T., siehe MISUMI, S.
- TAMAMUSHI, R., siehe TANAKA, N.
- TANAKA, N., R. TAMAMUSHI und M. KODAMA, Eignung einer rasch tropfenden Quecksilberelektrode in der Polarographie 368
- TANDON, S. N., siehe TAIMNI, I. K.
- TATWAWADI, S. V., siehe DESHMUKH, G. S.
- TELEGDY KOVATS, L., und R. KOLTA, Bestimmung von Saccharose in Mosten und Weinen 158
- TEODORESCU, GR., siehe SPACU, P.
- TEREŠIN, G. S., Meßfehler von Spektralphotometern mit elektrischer Kompensierung 135
- TERUI, S., siehe FUKAMAUCHI, H.
- THALER, H., und G. SOMMER, Identifizierung von Lebensmittelfarbstoffen 78
- THEIVAGT, J. G., und D. J. CAMPBELL, Bestimmung von Vitamin D in Multivitaminmischungen 376
- THEWALT, K., Trennung und Nachweis von 7 Pyridinen in südafrikanischen Druckvergasungsteeröl 79
- THIERS, R. E., M. MARGOSHES und B. L. VALLEE, Filterphotometer für Konzentrationsbestimmungen im UV-Licht 136. — Siehe auch FUWA, K.
- THOMAS, A. J., siehe MOSS, P.
- THOMAS, C. O., und B. B. BAKER, Bestimmung von in der Luft vorhandenen Proteinen 202
- THOMASON, P. F., siehe MILLER, F. J. sowie ZITTEL, H. E.
- TIEWS, J., siehe BRÜGGEMANN, J.
- TOBIAS, J., und R. M. SERF, Elektrophorese von Proteinen aus homogenisierter Milch 76
- TÖLGYESSY, J., M. ŠARŠÚNOVÁ und J. MAJER, Radiometrische Kaliumbestimmung in pharmazeutischen Präparaten 456
- TÖRÖK, T., siehe WESZPRÉMY, B.
- TOKIMOTO, Y., siehe FUKAMAUCHI, H.
- TOLSMÁ, J., siehe HILTON, C. L.
- TRAMM, R. S., siehe ČERNICHOV, JU. A.
- TREIBER, H., Bestimmung des Frischegrades von Seefisch und Filet 77
- TROMPLER, J., siehe SCHULEK, E.
- TRUTNOVSKY, H., siehe SOBOTKA, M.
- TSE, R. L., und M. J. OESTERLING, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 237
- TSUYAMA, H., siehe OKAMOTO, J.
- TULANE, V. J., siehe DONALDSON, K. O.
- TULJUPA, F. M., siehe USATENKO, JU. I.
- TUNG SHAO-CHUN und ER-KANG WANG, Polarometrische Titration von Thorium in Monazit 225
- TURCU, L., siehe BAIULESCU, GH.
- TŮRI, C. IACOBELLI, Untersuchung von Haarfärbemitteln 309
- TUROVCEVA, Z. M., siehe KUZNECOV, I. M.
- TUSKAN, W. G., siehe BARNEY II., J. E.
- UDALOV, JU. F., siehe MOCHOV, L. A.
- UEHARA, M., siehe FUKAMAUCHI, H.
- ULEENDAHL, H. R., siehe ÖBRINK, K. J.
- UNO, T., siehe KAKEMI, K.
- USATENKO, JU. I., und G. E. BEKLEŠOVA, Titrations mit 2-Mercaptobenzthiazollösungen 128
- USATENKO, JU. I., und F. M. TULJUPA, Trennung von Kupfer und Quecksilber 139
- VAIKUNTAM, M. S., siehe DESHMUKH, G. S.
- VAINŠTEIN, E. E., siehe ŠEVALEEVSKIJ, I. D.
- VALLEE, B. L., siehe FUWA, K. sowie THIERS, R. E.
- VANDEN HEUVEL, W. J. A., siehe MCCURDY jr., W. H.
- VASSALO, D. A., siehe MALMSTADT, H. V.
- VASTAGH, G., siehe SZABOLCS, E.
- VEJCMAN, R. M., Bestimmung von Titan als Phosphormolybdatotitankomplex 441. — Photocolorimetrische Bestimmung von Niob in Carbidgegemischen 229
- VERSNEL, A., siehe ROOS, J. B.
- VERTJULINA, L. N., siehe KORŠUNOV, I. A.

- VIETTI-MICHELINA, M., siehe PILLERI, R.
 VIGVÁRI, M., siehe ALMÁSSY, GY.
 VINCENT, M. C., und M. I. BLAKE, Analyse von Barbitursäuren Salzen 456
 VINOGRADOV, A. V., und T. I. EVSEEVA, Bestimmung von Molybdän in Konzentrationen 227
 VISVANATHAN, S., siehe DOSS, K. S. G.
 VLASÁK, R., siehe KRATOCHVÍL, V.
 DE VOE, J. R., und W. W. MEINKE, Abtrennung von Cadmium in radiochemisch reiner Form 141
 VOJNOVITCH, I., siehe DEBRAS-GUÉDON, J.
 VOLBERT, F., siehe KAUFMANN, H. P.
 VOLNOV, I. I., und E. I. LATYŠEVA, Bestimmung des Peroxyd- und Superoxydsauerstoffs in Alkali- und Erdalkalisuperoxyden 231
 VOROB'EV, A. I., Bestimmung von Erythrocyten 316
 VOTH, J. L., Bestimmung von Sulfat in Natriumsulfat 231
 DE VRIES, TH., siehe McEWEN, D. J.
 WAKAMATSU, S., Bestimmung der Schwefelgehalte von Pyrit, Hochofenschlacken und sulfathaltigen Verbindungen 223
 WAKISAKA, Y., und T. ISHIDA, Bestimmung von Cocarboxylase durch Ionenaustauschchromatographie 400
 WALISCH, W., und M. R. F. ASHWORTH, Vollautomatische, coulometrische bromometrische Mikrotitration von Doppelbindungen 56
 WALL, R. A., siehe JONES, J. K. N.
 WANG, ER-KANG, siehe TUNG, SHAO-CHUN
 WANG, J. H., Bestimmung von Eisen 152
 WARAVDEKAR, V. S., und L. D. SASLAW, Bestimmung von 2-Desoxyzuckern unter Verwendung von Malonaldehyd-Thiobarbitursäure-Reaktion 291
 WATERBURY, G. R., Automatisches Titriergerät 434
 WATKINS, J. W., siehe COLLINS, A. G.
 WATKINSON, J. H., siehe JONES, G. B.
 WEIDNER, G., Bestimmung von Adrenalin als Verunreinigung in Adrenalinlösungen 238
 WEIDNER, G., und F. WEISS, Trennung und Identifizierung von L-Noradrenalin, L-Adrenalin, L-Corbasil, Adrenalin, Isopropyladrenalin und anderen Phenyläthylamin-Derivaten 237
 WEIL-MALHERBE, H., und A. D. BONE, Fluorimetrische Bestimmung von Catecholen 399
 WEISS, F., siehe WEIDNER, G.
 WELCK, E. T., siehe HUCKABAY, W. B.
 WEMPE, E., siehe DILLER, W.
 WENDLANDT, H.-G., siehe GATTOW, G.
 WEST, T. S., siehe AYERS, C. W., sowie BELCHER, R.
 WESZPRÉMY, B., und T. TÖRÖK, Bestimmung von Bor in Aluminium 210
 WHITE, D. C., Bestimmung von Sulfat durch Titration mit Bleinitratlösung und Dithizon als Indicator 52
 WHITE, J. C., und R. F. APPLE, Bestimmung von Cer in Fluoriden neben Fe, Ti, U, Zr, Cu, Mo und Cr 228
 WHITE, L. M., und G. E. SECOR, Bestimmung von Galakturonsäure und Glucuronlacton 67
 WIEDENHOF, N., Analyse von Pflanzenwachsen durch Chromatographie und Röntgendiagramme 382
 WIEWIÓROWSKI, M., und J. SKOLIK, Bestimmung von Lupinen-Alkaloiden 392
 WILKIE, J. B., S. W. JONES und W. W. MORRIS jr., Bestimmung von Vitamin A in Futtermitteln 375
 WILLARD, H. H., und O. B. WINTER, Bestimmung von Fluor 159
 WILLIAMS, L. A., siehe ZAK, B.
 WILLIAMS, R. C., Ruffin, R. S. und Mounter, L. A. Registrierendes Titriergerät für Titrations bei konstantem pH-Wert 137
 WILLIAMS, T. R., und J. T. STOCK, Nachweis von Gasen in der qualitativen Analyse 364
 WINTER, O. B., siehe WILLARD, H. H.
 WIRTH, C. M. P., Bestimmung von Acetylsalicylsäure, Phenacetin und Coffein in Tabletten 386
 WISE, C. S., C. L. MEHLTRETTER und J. W. VAN CLEVE, Bestimmung von Glyoxal 65
 WOLF, F., siehe BLASIUS, E.
 WOLF, G., siehe RUMLER, F.
 WOLFMAN, M., siehe ROSENBLUM, R.
 WOLIN, A. G., siehe SILVERMAN, G. J.
 WOLLISH, E. G., siehe SENKOWSKI, B. Z.
 WOLSZON, J. D., siehe CALICOAT, D. L.
 WOOD, D. F., und R. T. CLARK, Bestimmung von Kobalt in Titan und Zirkonium sowie deren Legierungen 211
 WOOD, D. F., und I. R. SCHOLES, Bestimmung von Niob und Tantal in binären Legierungen und in Zirkoniumlegierungen 379

- WOODRUFF, C. W., Bestimmung von Serum-eisen 314
- WRIGHT, W. W., siehe LOY, H. W.
- WRÓŃSKI, M., Mercurimetrische Titration von Thioharnstoff und seinen Derivaten in Anwesenheit von p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin als Indicator 3 [Or]. — Einfache Methode für die mercurimetrische Bestimmung von Thiophen 280 [Or]
- WYER, G. D., siehe JORDAN, J. V.
- YAJIMA, S., siehe NAKAI, T.
- YAMAMOTO, K., Bestimmung von Zink in Pflanzenasche 301
- YAMASHINA, H., siehe KAKEMI, K.
- YANG, K., siehe GANT, P. L.
- YASUMORI, Y., Änderung des Faraday-Stroms und des Nicht-Faraday-Stroms bei der „Square-wave“-Polarographie 432
- YATES, M. L., siehe FISCHER, R. B.
- YOKOI, H., Analyse der in der Alkaligensäure enthaltenen Aminosäuren und des Glucosamins 316
- YOUNGDAHL, C. A., und F. E. DEBOER, Bestimmung von Magnesium in hochreinem Aluminium 209
- ZABRODINA, K. S., siehe KLIMOVA, V. A.
- ZAHNER, R. J., siehe MILLNER, O. I.
- ZAIDEL, A. N., L. V. LIPIS und K. I. PETROV, Spektrochemische Bestimmung von Verunreinigungen in Zirkonium und Zirkoniumverbindungen 211
- ZAK, B., E. M. EGGERS, T. L. JARKOWSKI und L. A. WILLIAMS, Elektrophoretische Trennung der Hämoglobine 464
- ZAKI, M. R., und K. SHAKIR, Organic Azo-Dyes in Quantitative Analysis I. Complexometrische Titration of Thorium 274 [Or]
- ŽAROVSKIJ, F. G., Trennung von Titan und Eisen von Aluminium 148
- ŽDANOV, A. K., V. A. CHADEEV und T. B. ŠAMACHMUDOVA, Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Kupfer 435
- ZEITLIN, H., und A. NIMOTO, Remissionsspektren der 2,4-Dinitrophenylhydrazone des Acetons und des 4-Methyl-2-pentanons 60
- ZEFF, K. H., und H. BERG, Trennung von Actinomycinen durch Verteilungsverfahren 240
- ZIECHMANN, W., und G. PAWELKE, Extraktion von Bodenhuminstoffen 227
- ZIEGLER, M., Der Nachweis des Bleis durch selektive Papierchromatographie 323 [Or]
- ZIMMERMANN, G., und K. KRÜGER, Apparatur zur Immunelektrophorese 315
- ZITTEL, H. E., F. J. MILLER und P. F. THOMASON, Bestimmung von Barium 437
- ZLATKIS, A., SU-YU LING und H. R. KAUFMANN, Gaschromatographische Trennung der isomeren Xylole 293
- ZSCHEILE, F. B., siehe MITCHELL, J. H.
- ZUBRZYCKI, Z. J., A. Z. BUDZYŃSKI und I. G. CAMPBELL, Bestimmung von gesättigten Fettsäuren, anorganischen Phosphaten und Glucose-1-phosphaten auf Papierchromatogrammen 366
- ZUEHLKE, C. W., siehe BUSH, D. G.
- ZUPANIC, M., siehe KOLŠEK, J.
- ZÝKA, J., siehe DOLEŽAL, J.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.)

Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

- Acepromazin, Bestimmung 387
- Acetobrenzcatechin, Bestimmung und Abtrennung 294
- Acetoguaiacon, Bestimmung 294
- Aceton, Remissionsspektrum des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 60
- Acetylaceton, zur Trennung von Eisen(II) und Eisen(III) 175
- Acetylbenzoyloxychlorid, Reinheitskontrolle 61
- Acetylferrocen, R_f-Wert 296
- Acetylsalicylsäure, Bestimmung in Tabletten 386
- Acidität, Bestimmung der Gesamtacidität 61; Bestimmung in Magensaft 461; in Urin mit Kalkwasser 310
- Aconittinktur, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 393
- Aconitumalkaloide, Trennung an Ionenaustauschern 394

- Actinomycine, Trennung durch Verteilungsverfahren 240
- Acylchloride, Reinheitskontrolle 61
- Acylgruppen, Bestimmung 57
- Acylhalogenide, Bestimmung 60
- Additive, Bestimmung von Phosphor 298
- Adipinsäure, Bestimmung 371, 451; in Alkydharzen 383
- Adrenalin, Bestimmung 237; allein und in Mischungen 386; in Mischungen mit Procain 386; im Harn 398
- L-Adrenalin, Identifizierung 237
- Adrenalinlösungen, Bestimmung von Adrenalin 238
- Adrenalon, Identifizierung 237; Bestimmung in Adrenalinlösungen 238
- Adsorptionsindikatoren, Verwendung in der Komplexometrie 134; Untersuchung 179, 186
- ÄDTA-Titrations, Verwendung von Adsorptionsindikatoren 134
- Äthanol, Bestimmung in galenischen Zubereitungen durch Siedepunktsbestimmung 385
- Äthanol-Calciumchlorid, Bestimmung der Alkoholtension 370
- Äthanol-Wasser-Calciumchlorid, Bestimmung der Alkoholtension 370
- 1-Äthynyl-cyclohexyl-allophanat, Abtrennung 394
- 1-Äthynyl-cyclohexylcarbammat, Abtrennung 394
- Äthylacetat, Bestimmung neben Methyläthylketon 290
- Äthylacetat-Furfurol-Wasser, Bestimmung der Löslichkeitsgrenzen 434
- Äthylbenzol, Abtrennung 293
- 4-Äthylbrenzcatechin, Bestimmung 68
- Äthylcyclopentene, Analyse der isomeren Äthylcyclopentene 72
- Äthyl-N,N-dimethylphosphoramidocyanid, Probenahme und Analyse 307
- Äthylencarbonat, stationäre Phase zur Trennung von Aromaten 293
- Äthylendiaminkomplexe von Kobalt (III), Abtrennung 154
- Äthylenglykol, Mischung mit Isopropanol als Lösungsmittel für schwache Säuren 63
- Äthylidencyclopentan, Analyse 72
- Äthylmalonsäure, Bestimmung 371
- Agmatin, Abtrennung 65
- Albuminfraktion, Untersuchung der Albuminfraktion von Rinderalbuminen 315
- Aldehyde, Analytik 59; papierchromatographische Trennung in Form ihrer Kondensationsprodukte mit Rhodanin 59; Zusammenhang der R_f -
- Werte mit der Länge der Seitenkette 56; Bestimmung im Brot 454
- 2-Aldehydo-phenoxyessigsäure, Reaktionen 105; Reagens auf Thorium und Zirkonium 110
- Aldohexosen, Bestimmung von Fructose 66
- Aldopentosen, Bestimmung von Fructose 66
- Aldosteron, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 463
- Alkaligensäure, Bestimmung der enthaltenen Aminosäuren 316
- Alkaliionen, Trennung von Erdalkalitionen 429
- Alkalimetalle, spektralanalytische Bestimmung 138; Einfluß der Lösungsmittel auf die chromatographische Verteilung auf Sulfoharzen 138; Bestimmung und Abtrennung von Lithium 349; flammenphotometrische Bestimmung in Silicatgesteinen 220
- Alkalisalze, Bestimmung von Sauerstoff in Alkalisalzen organischer Säuren 447
- Alkalisuperoxyde, Bestimmung des Peroxyd- und Superoxydsauerstoffs 231
- Alkaloide, Oxydation 448; Nachweis auf Papierchromatogrammen 128; Trennung der Aconitumalkaloide an Ionenaustauschern 393; Bestimmung in Tinctura Strychni und Tinctura Aconiti 393; Bestimmung von Lupinenalkaloiden 392
- Alkanamide, Trennung in Waschmitteln 308
- Alkanthiole, Bestimmung in Kohlenwasserstoffen 298
- Alkohole, Zusammenhang des R_f -Wertes mit der Länge von Seitenketten 56; Trennung isomerer gesättigter C_5 -Alkohole 286
- Alkoholfreie Getränke, Bestimmung von Benzoesäure 158
- Alkoholtension, Bestimmung in zwei Systemen 370
- Alkohol-Wassergemische, Bestimmung von Kupfer 158
- Alkoxygruppen, Bestimmung 57; Mikrobestimmung 57; Waschreagens zur Bestimmung 57
- Alkydharze, Bestimmung von Adipinsäure 383; von Butylbenzoesäure 301
- Alkylchloride, Bestimmung 61
- Alkyldisulfidgemische, Bestimmung von Alkylmercaptanen 449
- Alkylhalogenide, Bestimmung 60
- Alkylmercaptan-Dialkylsulfidgemische, Bestimmung 449

- Alkylmercaptane, Bestimmung mit Alkyldisulfidgemischen 449
 Alkylphosphinoxyde, Farbreaktionen mit m-Dinitrobenzol 357
 Allylbarbital, Nachweis 236
 Aluminium, Emissionserhöhung des Flammenspektrums durch Fluorid 262; Nachweis in der qualitativen Analyse 143; Bestimmung mit Variaminblau als Indicator 333; Bestimmung mit o-Carboxyphenyl-azochromotropsäure 269; Trennung von Titan und Eisen 148; Abtrennung von Zirkonium 33; von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; Bestimmung neben Fluorid 438; Bestimmung in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; in Stählen 215; in Glimmern 220; in Flotationsprodukten von Tonen und Bauxiten 221; in Schamotten und Tonen 229; Störung der flammenphotometrischen Calciumbestimmung 126; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; auf die Phosphatbestimmung 95; Störung bei der Bestimmung von Mangan in Eisenlegierungen 214; flammenphotometrische Bestimmung geringer Natriumgehalte 328; Bestimmung von Magnesium in hochreinem Aluminium 209; von Bor 210
 Aluminiumalkyle, Reduktionskapazität 57
 Aluminiumdrahtelektrode, Studien an der rotierenden Aluminiumdrahtelektrode 367
 Aluminiumelektroden, potentiometrische, voltametrische und amperometrische Studien 367
 Aluminium-Goldlegierungen, Kupellation 352
 Aluminiumoxyd-Platten zur Bestimmung von Aminosäuren, Carnosin und Proteinhydrolysaten 319
 Aluminiumsalze, Bestimmung in Bodenproben 226
 Amalgam, Bestimmung von Kupfer, Blei oder Cadmium 206
 Ameisensäure, papierchromatographische Bestimmung 62; Bestimmung in Wein 160; in Kulturen 316
 Amine, Zusammenhänge der R_f -Werte mit der Länge der Seitenkette 56; Nachweis primärer aromatischer Amine 294; Bestimmung primärer aromatischer Amine in Haarfärbemitteln 309
 1-Amino-4-äthoxy-2-sulfonsäure, Nachweis von p-Phenitidin, p-Aminophenolsulfonsäure und p-Aminophenol 165
 1-Aminoanthrachinon, Erfassungsgrenze 72
 m-Aminobenzoesäure, zur Bestimmung von Os, Pt und Ru 157
 3-Aminodibenzofuran, Nachweis 294
 p-Aminodimethylanilin, Bestimmung von Cystin 320
 p-Aminodiphenylamin, R_f -Wert 310
 p-Aminodiphenylaminosulfonsäure, R_f -Wert 310
 2-Aminofluoren, Nachweis 294
 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure, zur Bestimmung von Os, Pt und Ru 157
 p-Aminophenol, Nachweis 165
 Aminophenole, R_f -Wert 310; Bestimmung in Haarfärbemitteln 309
 2-Aminophenol-4-sulfonsäure, R_f -Wert 310; Nachweis 165; zur Bestimmung von Os, Pt und Ru 157
 Aminosäurealdehyde, Bestimmung im Brot 454
 Aminosäuren, Bestimmung 319, 320; quantitative Bestimmung 318; spektrophotometrische Bestimmung 319; Bestimmung in Alkaligensäure 316; Bestimmung in Blutserum 317; Einfluß von Saponin auf die papierchromatographische Trennung 319
 α -Aminosäurestickstoff, Bestimmung in Plasma 318
 p-Aminosalicylsäure, Bestimmung in Tabletten 233
 3-Amino-p-toluolsulfonsäure, Bestimmung 370
 Amminkomplexe von Kobalt(III), Abtrennung 154
 Ammoniak, zur Verdrängung von Feuchtigkeit aus dem Trägermaterial der Gaschromatographie 365; Bestimmung in Plasma und Blut 313
 Ammoniakstickstoff, Bestimmung 136
 Ammoniumionen, Bestimmung neben Hydrazinsalzen 149
 Ammoniumnitrat, Bestimmung in Guanidinnitrat 149
 Ammoniumphosphat, Einfluß auf die Zinnbestimmung 243
 Ammoniumsalze, Bestimmung 149; in Guanidinderivaten 149
 Ammoniumverbindungen, Nachweis von Lebensmittelfarbstoffen in Ammoniumverbindungen 78
 Amperometrie, an einer rotierenden Aluminiumelektrode 367
 Anabasin, Nachweis und Unterscheidung von Nicotyrin und Nicotin 390

- Analyse, physikalisch-chemische Grundlagen und Apparatives aus der Ultramikroanalyse 132; qualitative Analyse unlöslicher Substanzen 132; Dielektrizitätskonstante als Kennzahl 431; Extraktionsmechanismus bei Verteilungsverfahren in der anorganischen Analyse 129; Verfahren durch Verdunstung azeotroper Gemische 432; Verwendung organischer Reagentien in der anorganischen Analyse 23, 30, 104, 109; Nachweis von Gasen 364; Verwendung enzymatischer Methoden 314; anorganische qualitative Mikroanalyse (MALISSA, BENEDETTI-PICHLER) 125 [L]
- Analysengang, qualitativer Analysengang 130
- Anatas-Rutil-Gemische, Untersuchung 432
- Anhydride, Bestimmung 61
- Anilin, Nachweis 294; Trennung von p-Toluidin 164; Einfluß des pH -Wertes auf die Fällung von Thorium 25
- Anionen, Schema der qualitativen Analyse 131
- p-Anisidin, Farbreaktion mit Fructose 66; Nachweis 294; Nachweis auf Papierchromatogrammen 128
- Anisidinderivate, Einfluß des pH -Wertes auf die Fällung von Zirkonium 31; von Thorium 25; zur Bestimmung von Thorium 28
- Anisole, Trennung 68
- Anorganische Analyse, qualitativer Analysengang 130; Extraktionsmechanismus der Verteilungsverfahren 129; Verwendung von organischen Reagentien 23, 30, 104, 109
- Anorganische qualitative Mikroanalyse (MALISSA, BENEDETTI-PICHLER) 125 [L]
- Anorganische Salze, Trennung in nicht-wäßrigem Medium 131
- Anthracen, Erfassungsgrenze 72; schnell ausführbarer Test 71
- Anthrachinon, Erfassungsgrenze 72; schnell ausführbarer Test 71
- Anthrachinonderivate, schnell ausführbarer Test 71
- Anthrachinondisulfonsäuren, Erfassungsgrenze 72
- Anthrachinonsulfonsäure, Erfassungsgrenze 72; Bestimmung in Form ihrer Benzidinsalze 295
- 9-Anthraldehyd, zum Nachweis polynaromatischer Kohlenwasserstoffe 293
- 2-Anthramin, Nachweis 294
- Anthranilsäure, zur Bestimmung von Os, Pt und Ru 157
- Antibiotica, Bestimmung 320
- Antikörperanfärbung 315
- Antimon, Bestimmung 436; photometrische Bestimmung 118; Abtrennung von Zink 141; von Uran 440; Bestimmung in Silicium 210; in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; in Metallantimonaten und Letternmetall 379; in biologischem Material 311
- Antimon(III), Fällung 135
- Antimon(V), Bestimmung 150; Fällung 135
- Antioxydantien, Nachweis in Speisefetten 373
- Apfelmus, Bestimmung von Quercetin 71
- Apiezon-L, stationäre Phase bei der Trennung von Phenolen 68
- Apoephedrin, R_f -Wert und Farbreaktion 238
- Aprikosen, Bestimmung von Quercetin 71
- Aprobarbital, Nachweis 236
- Arbeitstechnik, zur Handhabung luft- und feuchtigkeitsempfindlicher Substanzen 407
- Arcain, Abtrennung 65
- Argentometrische Titrationen, Fluoresceinverbindungen als Adsorptionsindikatoren 179; Succinylfluoresceinverbindungen als Adsorptionsindikatoren 186
- Arginin, Abtrennung 65
- Aromastoffe, Bestimmung in Brot 454
- Aromaten, Trennung 293
- Aromatische Lösungsmittel, gaschromatographische Analyse 433
- Arsen, Trennung von anderen Kationen 149; Abtrennung von Zink 141; Bestimmung in Silicium 210; in biologischem Material 311; durch Aktivierungsanalyse 313; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243
- Arsenat, Bestimmung neben Jodid 151
- Arsenazo, zur Bestimmung von Thorium und Uran 439; zur Bestimmung von Thorium in Erzen und Gesteinen 220
- Arsenit, zur Trennung von Phenolen 294; Abtrennung von Uran 440
- Aryloxyfettsäuren, zur Bestimmung von Thorium und Zirkonium 109; analytische Reaktionen 104
- Asche, Bestimmung von Zink in Pflanzenasche 301; von Bor in Blutasche 142

- Ascorbinsäure, Bestimmung 77; Nachweis in Extrakten von *Hibiscus sabdariffa* L. 235; Bestimmung in Tabletten 233
- L-Ascorbinsäure, quantitative Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 376
- Aspirin, Bestimmung 458; in Tabletten 233
- Atropin, Bestimmung in Gegenwart von Papaverin und Spartein 391
- Aturban, Bestimmung 235, 236
- Autoxydation, Untersuchung mit Dielektrizitätskonstanten 431
- Azacyclonol, Bestimmung 394
- Azeotrope Gemische, Verdunstungsanalyse 432
- Azobenzol-4-diazoniumfluoroborat, zum Nachweis primärer aromatischer Amine 294
- Azoverbindungen, in der quantitativen Analyse 274; Bestimmung von Stickstoff 52
- Azoviolett, Indicator bei der Bestimmung organischer Säuren 61, 62
- Barbital, Nachweis 236
- Barbiturate, Nachweisreaktion 236; Bestimmung 62
- Barbitursäure Salze, Analyse 456
- Barium, Bestimmung 430; amperometrische Bestimmung an der Tropfelektrode 437; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 369; Abtrennung 436; Trennung von Strontium und Blei 438; von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; von Zirkonium 33; Bestimmung in BaSO_4 437
- Bariumsulfat, Analyse 437; turbidimetrische Bestimmung 133
- Bauxite, Bestimmung von Al, Si und Fe in Flotationsprodukten 221
- Bemegrid, Bestimmung 235, 236
- Benzin, Bestimmung 69; in der Luft 203
- Benzydinsalze, zur Bestimmung von Anthrachinonsulfonsäuren 295
- Benzin, Bestimmung von Mangan 299
- Benzoessäure, Bestimmung 371; in alkoholfreien Getränken 158
- Benzoide Verbindungen, Nachweis auf Papierchromatogrammen 292
- Benzol, gaschromatographische Untersuchung 433
- Benzolhalogenide, Identifizierung 58
- Benzolsulfonsäure, Bestimmung 370
- Benzolsulfonylchlorid, Bestimmung 370
- Benzoltetracarbonsäuren, Bestimmung 295
- Benzoylbenzyloxychlorid, Reinheitskontrolle 61
- 2-Benzyl-imidazolin, Abtrennung 167
- Bernsteinsäure, Bestimmung 371; Titration 451
- Beruhigungsmittel, Bestimmung von Azocyclonol 394
- Beryllium, Bestimmung 430; komplexometrische Titration 140; Abtrennung der Seltenen Erden 219; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; Bestimmung von Sauerstoff 208
- Biologische Flüssigkeiten, Bestimmung von Cortison, Hydrocortison und Aldosteron 463
- Biologisches Material, radiochemische Bestimmung von Spurenelementen 311; spektralphotometrische Bestimmung von Zinn 241; Bestimmung von Arsen durch Aktivierungsanalyse 313
- Biscyclohexanonoxalyldihydraton, zur Bestimmung von Aminosäuren 319
- Blattgemüse, Oxalattest 301
- Blei, Fällung 135; Nachweis durch selektive Papierchromatographie 323; Bestimmung mit Variaminblau als Indicator 333; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 369; Trennung von Barium 438; polarographische Bestimmung in Hydroxyd- und Cyanidlösung 441; Bestimmung in Lebensmitteln 72; in Messing und Bronze 207; in metallischem Cadmium 209; in Amalgam 206; in Aluminium 210; in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; in Bleikonzentraten gegen Xylenorange oder Methylthymolblau 227; in Wismut 205; im Boden 226; in biologischem Material 311; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; Bestimmung von Spuren Selen oder Tellur 378; von Kobalt oder Zink 205
- Bleicarbonat, turbidimetrische Bestimmung 133
- Bleichromat, turbidimetrische Bestimmung 133
- Bleidiäthylthiocarbaminat, zur Bestimmung von Kupfer in Blutserum 395
- Bleikonzentrate, Bestimmung von Blei gegen Xylenorange oder Methylthymolblau 227
- Bleimolybdat, turbidimetrische Bestimmung 133
- Bleinitratlösung, zur Bestimmung von Sulfat 52

- Blut, Bestimmung von Ammoniak 313;
von nichtveresterten Fettsäuren 316;
von Catechinaminen 399; von Sul-
fisoalol und Sulfadimethoxin 461
- Blutasche, Bestimmung von Bor 143
- Blutserum, Ultramikrobestimmung von
Kalium 435; Bestimmung von Kup-
fer 395; von Aminosäuren 317
- Boden, Bestimmung von Spurenelemen-
ten 226; von Calcium 226; Zinngehalt
253; Bestimmung von calciumchlorid-
löslichem Phosphat 226; von leicht-
löslichen Molybdängehalten 381; Ex-
traktion von Huminstoffen 227
- Bodenproben, Bestimmung von Alu-
miniumsalzen 226
- Bor, flammenphotometrische Bestim-
mung 142; Bestimmung durch Misch-
bett-Ionenaustausch 142; Bestim-
mung von Carminsäure 142; Bestim-
mung in Aluminium 210; in Lösungen
von Uranylchlorid und -nitrat 233;
von Spuren in Silicium 6; Zirkonium
und seinen Verbindungen 212; in
Stählen 143; in organischen Sub-
stanzen 202; in Blutasche 143
- Borat, Störung der flammenphoto-
metrischen Calciumbestimmung 126
- Borax, zur Trennung von Phenolen
294
- Borsäurekomplexe, zur Ionophorese von
Zuckern 452
- Bräunungsreaktion, Nachweis von
Zwischenprodukten der Bräunungs-
reaktion von Milchprodukten 77
- Branntweine, Bestimmung von Kupfer
158
- Braunkohle, Bestimmung von Wasser
297; von Phenolen in den Abwässern
der Carbonisation von Braunkohlen
68
- Braunkohlenschwelks, Bestimmung
von Wasser 297
- Braunstein, analytische Untersuchung
15; Bestimmung des Mangan-Sauer-
stoffverhältnisses 16
- Brenzcatechin, Bestimmung 68
- Brom, Bestimmung in organischen
Substanzen 54, 202
- Bromacetyl- α -aminosäurederivate, Be-
stimmung des Halogengehaltes 61
- Bromat, Nachweis 151; komplexo-
metrische Bestimmung neben Bro-
miden 337
- Brombenzoesäure, Identifizierung 58
- Brom-2,4-dinitrobenzol, Identifizierung
58
- 2-Brom-4,6-dinitrophenol, Identifizie-
rung 58
- Bromid, Nachweis in der Analyse 132;
Bestimmung 183; argentometrische
Bestimmung 188; Nachweis neben
Rhodanid 151; Bestimmung neben
einem Chloridüberschuß in Wasser
204; komplexometrische Bestimmung
neben Bromaten 337
- 4-Brom-2-nitrophenol, Identifizierung 58
- Bromsuccinimid, zur Bestimmung der
Jodzahl von Monoenfettsäuren 289
- Bronze, Bestimmung von Kupfer und
Zink 206; von Zink, Blei und Cad-
mium 207
- Brot, Bestimmung der Aromastoffe 454
- Brucin, Bestimmung 87
- Buche, Zinngehalt 253
- Butadien-Styrol-Latex, Bestimmung
von Kaliumpersulfat 304
- Butobarbital, Nachweis 236
- Butter, Bestimmung von Diacetyl 290;
von Sorbinsäure 453
- Butterfett, Bestimmung des Säure-
grades 76
- Buttersäure, papierchromatographische
Bestimmung 62; Bestimmung in
Kulturen 316
- tert.-Butylalkohol, Mikroanalyse 58
- p-tert.-Butylbenzoesäure, Bestimmung
in Alkylharzen auf Kokosfettsäurebasis 301
- Butylmethacrylat, Bestimmung in Poly-
butylmethacrylat 304
- Cadmium, Fällung 135; Bestimmung
durch Square wave-Polarographie
432; Abtrennung in radiochemisch
reiner Form 141; Trennung von
Kupfer ohne Verwendung von Cyanid
133; von Kupfer und Zink 139; von
Thorium und Zirkonium 115; von
Uran 440; Bestimmung in Messing
und Bronzen 207; in Magnesium-
legierungen 208; in Amalgam 206;
in Aluminium 210; in Silicium 210;
in Zirkonium und seinen Verbindun-
gen 212; in biologischem Material 311;
Einfluß auf die Zinnbestimmung 243;
Bestimmung von Zink in Cadmium
205; von Blei und Thallium 209
- Cadmiumbromidlösung, zum Nachweis
von Anabasin neben Nicotyrin und
Nicotin 390
- Cadmiumjodid, zum Nachweis von
Anabasin neben Nicotin und Nicoty-
rin 390
- Caesium, Bestimmung 431, 435
- Calcein, als Indicator bei der Calcium-
bestimmung im Serum 312
- Calcium, Bestimmung 430; hochfre-
quenztitrimetrische Bestimmung 369;

- komplexometrische Bestimmung 121; Abtrennung 436; Trennung von Strontium 140; von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; von Zirkonium 33; von Strontium-90 in Milch 160; Bestimmung in metallischem Wolfram und Wolframoxyden 213; in aluminiumreichen Silicaten 221; im Salz 232; in Glimmern 220; geringer Mengen in Tonen und Böden 226; Bestimmung im Zellsaft von Pflanzen 311; flammenphotometrische Bestimmung in Eierschalen 396; Bestimmung im Serum 312, 396; in Serum und Harn 311; Einfluß von Vanadium auf die Calciumemission 96; Störung der Bestimmung durch Aluminium-, Borat-, Phosphat- und Sulfationen 126
- Calciumchlorid-Äthanol, Bestimmung der Alkoholtension 370
- Calciumchlorid-Äthanol-Wasser, Bestimmung der Alkoholtension 370
- Calciumchloridlösliches Phosphat, Bestimmung im Boden 226
- Calciumfluorid, turbidimetrische Bestimmung 133
- Calciummandelat, Bestimmung 239
- Calciumoxalat, turbidimetrische Bestimmung 133
- Calciumphosphat, Bestimmung von Fluorid 229
- Calciumsalze, Bestimmung pharmazeutisch verwendeter Calciumsalze 234
- Camphersäure, spektrophotometrische Bestimmung 458
- Candelillawachs, Untersuchung 382
- Capronsäure, Bestimmung in Kulturen 316
- Carbide, Bestimmung in weißem Gußeisen 216; Bestimmung von Titan 441; von Niob in Carbiden 229
- Carbobenzylxychlorid, Reinheitskontrolle 61
- Carbonat, Bestimmung in Mischungen 131
- Carbonsäuren, Bestimmung 61; Analyse ein- und mehrbasischer aromatischer Carbonsäuren 295; Trennung höherer aliphatischer, benachbarter, gesättigter, paariger und unpaariger Monocarbonsäuren 288; Bestimmung von Dicarbonsäuren in Polyestern 303; Bestimmung zweibasischer Carbonsäuren in nichtwäßrigen Lösungen 451
- Carbonylgruppen, Bestimmung 57; Mikrobestimmung 58
- Carboxylgruppen der Paperoberfläche, Einfluß auf die Trennung der Guanidinderivate 65
- Carboxylsäuren, Titration 63; differential-potentiometrische und photometrische Titration 61
- 2-Carboxy-phenoxyessigsäure, Reagens auf Thorium und Zirkonium 110; Reaktionen 105
- o-Carboxyphenyl-azo-chromotropsäure als analytisches Reagens 197, 269
- Carminsäure, zur Bestimmung von Bor 142
- Carnaubawachs, Untersuchung 382
- Carnosin, Bestimmung 319
- Carvon, Bestimmung in Pflanzenteilen 460
- Catechin, als Adsorptionsindicator 181, 187; Bestimmung 294; Abtrennung 294
- Catechinamine, Bestimmung im Blut 399
- Celluloseacetat, Bestimmung in Doppelbasis-Treibmitteln 305
- Celluloseharze, Bestimmung von Nitrocellulose in Gegenwart von Celluloseharzen 383
- Cer, Genauigkeit photometrischer Bestimmungen als Cer(IV)-sulfatokomplexe 423; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 369; Abtrennung als Oxinkomplex 144; Abtrennung von Zirkonium 33; Bestimmung in Fluoriden neben Fe, Ti, U, Zr, Cu, Mo und Cr 228; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243
- Cer(IV), zur redoxokinetischen Titration von Eisen(II) 432
- Ceratoxydationen 35
- Cer(III)-maßlösung zur Bestimmung von Phosphationen 1
- Cer(IV)-sulfatokomplexe, bei photometrischen Cerbestimmungen 423
- Cetyl-cyclohexyl-dimethylammoniumbromid, zum Nachweis von Lebensmittelfarbstoffen 78
- Chelatometrie, Verwendung von Adsorptionsindikatoren 134
- Chelone, analytische Anwendungen 411
- Chemikalien, Waschapparatur für wenig lösliche Chemikalien 136
- Chemisches Praktikum, Übungsaufgaben als pharmazeutische Analyse 233
- Chemisch-technische Untersuchungsmethoden der Zellstoff- und Papierfabrikation (Merck) 377 [L]
- Chinidinsulfat, Bestimmung in Tabletten 233

- Chinin, Bestimmung 87; fluorimetrische Bestimmung in Tonic Water 392
 Chinoxalin-2,3-dithiol, Verwendung 134
 Chlor, Bestimmung in organischen Substanzen 54, 202; Bestimmung im Zellsaft von Pflanzen 311
 Chloracetylchlorid, Bestimmung 61
 Chlor- α -aminosäurederivate, Bestimmung des Halogengehaltes 61
 Chloranilinderivate, Einfluß des pH -Wertes auf die Fällung von Zirkonium 31; von Thorium 25
 Chlorbenzoesäure, Identifizierung 58
 Chlorbenzol, Bestimmung 61
 Chlor-2,4-dinitrobenzol, Identifizierung 58
 Chlordinitrophenole, Identifizierung 58
 Chlorid, Nachweis in der Analyse 132; Bestimmung 183; argentometrische Bestimmung 188; Nachweis neben Rhodanid 151; Bestimmung von Jodid und Bromid neben einem Chloridüberschuß in Wasser 204
 2-Chlor-3-methylanthrachinon, Erfassungsgrenze 72
 1-Chloronaphthalin, stationäre Phase zur Trennung von Aromaten 293
 p-Chlorphenol, Bestimmung 61
 Chlorphenoxyessigsäuren, papierchromatographisches Verhalten 366
 o-Chlorphenylbernsteinsäure, als Adsorptionsindicator 186
 Chlorsilane, Bestimmung von alkylierten und arylierten Chlorsilanen 288
 2-Chlorterephthalsäure, Identifizierung 58
 Chlortetracyclin, Bestimmung 389
 Cholesterin, Nachweis auf Papierchromatogrammen 128; photometrische Bestimmung 374
 Cholsäure, Nachweis auf Papierchromatogrammen 128
 Chrom, Abtrennung von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; von Uran 440; von Zirkonium 33; Bestimmung in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; im Zement 230; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; auf die Kobaltbestimmung in Legierungen 211; auf die Palladiumbestimmung 157; Bestimmung von Cer neben Chrom 228
 Chrom(III), Bestimmung 418
 Chromat, Bestimmung 136
 Chrom-Nickellegierungen, Bestimmung von Schwefel in eisenfreier Chrom-Nickellegierungen 380
 Chromotropsäure, analytische Verwendung von Azoverbindungen 38
 Cinchonin, Bestimmung 87
 Citronensäure, Oxydation einer Mischung mit Oxalsäure 35
 Cocarboxylase, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 400
 Coffein, Bestimmung 458; in Tabletten 386
 L-Corbasil, Identifizierung 237
 Cortison, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 463
 Coulometrie, Verwendung des i-Q-Schreibers 372; Titrationen bei kontrolliertem Potential 432; Titrationen mit elektrisch erzeugten Zinn(II)-ionen 367
 Coumestrol, Nachweis in Leguminosen 462
 2-o-Cresoxypropionsäure, Reaktionen 105; Reagens auf Thorium und Zirkonium 110
 Cyanid, Trennung von Kupfer-Cadmium ohne Verwendung von Cyanid 133; photometrische Bestimmung 440; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 157
 Cyanidlösung, zur Polarographie von Blei 441
 Cyanocobalamin, Bestimmung in pharmazeutischen Spezialitäten 387
 Cyanoguanidin, Bestimmung von Ammoniumsalzen 149
 Cyan-Sauerstofflampe, Ausnutzung der hohen Temperatur in der Flammenphotometrie 126
 Cyanwasserstoff, bei der Bestimmung von Proteinen in der Luft 202
 Cystin, Bestimmung mit p-Aminodimethylanilin 320
 Dartal, Bestimmung 387
 DDT, Bestimmung in Mischungen 306
 1-Dehydrocortison, Abtrennung 166
 1-Dehydromethyltestosteron, Nachweis von Methyltestosteron 166
 Désogène, Bestimmung 309
 2-Desoxyzucker, Bestimmung unter Verwendung von Malonaldehyd-Thioharbitursäure-Reaktion 291
 Detergens Désogène, Bestimmung 309
 Diacetoxydiphenyl-pyridyl-methan, Bestimmung in Laxantien 395
 Diacetyl, Bestimmung mit o-Phenylendiamin 290; Bestimmung in Butter 290
 Diacetyldithiol, Verwendung 134
 Diäthanolamin, R_f -Wert 309
 1,1-Diäthyl-4,4-dimethyl-tetrazon, Bestimmung 287
 Diäthylmalonsäure, Bestimmung 371
 Diäthylstilboestrol, Bestimmung in Öllösungen und Salben 459

- Diäthylsulfid, gaschromatographisches Verhalten 286
- Diäthylthionophosphorsäureester des β -Oxyäthylthioäthyläthers,,S'', Nachweis in der Luft 203
- Dialkyldithiophosphate, Bestimmung 287
- Dialkylphosphinsäuren, Nachweisreaktionen 355; Farbreaktionen mit Nickelbromid 356
- Dialkylsulfide, Bestimmung mit Alkylmercaptanen 449
- Diamine, Bestimmung mit Natriumnitrit 69
- 1,4-Diaminoanthrachinon, Bestimmung 69
- 1,4-Diaminoanthrahydrochinon, Bestimmung 69
- 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure, zum Nachweis von Kupfer 411
- 4,4'-Diaminodiphenylmethan, Bestimmung 69
- 4,4-Diaminodiphenylsulfon, stationäre Phase bei der Trennung von Phenolen 68
- Diaminonaphthaline, Bestimmung 69
- 4,4'-Diaminostilben, Bestimmung 69
- o-Dianisidin, Indicator bei der Eisenbestimmung 134
- Diaryldithiophosphate, Bestimmung 287
- Dibromdinitrobenzole, Identifizierung 58
- Dibutylphthalat, Einfluß auf die Bestimmung von Butylmethacrylat in Polybutylmethacrylat 304
- Dicarbonsäuren, Zusammenhang der R-Werte mit der Länge der Seitenkette 56; Trennung durch Papierionophorese bei 50 V/cm Spannungsfälle 371; Titration in nichtwäßrigen Lösungen 451; Bestimmung in Polyestern 303
- Dichlor-dinitrobenzole, Identifizierung 58
- Dichlordiphenyl-trichlormethylmethan, Bestimmung in Mischungen 306
- 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure, Reagens auf Thorium und Zirkonium 110; Reaktionen 105; papierchromatographisches Verhalten 366
- 2,5-Dichlorterephthalsäure, Identifizierung 58
- Dichromat, zur Titration von Uran(IV) 440; gemeinsame Bestimmung mit Kupfer(II)-ionen 324
- Dicyanbenzole, Analyse isomerer Dicyanbenzole 70
- Dieldrin, Farbreaktion 307
- Dielektrizitätskonstante, als analytische Kennzahl 431
- 1,4-Dihydrazinophthalazin, Bestimmung von Hydrazin neben 1,4-Dihydrazinophthalazin 168
- Dihydrophthalsäure, als Adsorptionsindicator 180
- Dihydrostreptomycin, Bestimmung 388
- 1,2-Dihydroxybenzol-3,5-disulfonsäure, zur Bestimmung von Osmium 446
- 5,7-Dijod-8-hydroxychinolin, Bestimmung 389
- Diketone, Bestimmung der Ketogruppen 450
- 3,3-Dimethoxybenzidin, Farbreaktion mit Fructose 66
- Dimethyladipinsäure, Bestimmung 371
- p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin, Indicator bei der mercurimetrischen Titration von Thioharnstoff 3
- Dimethylbrenzcatechine, Bestimmung 68
- 0,0-Dimethyl-2,2-dichlorvinylphosphat, Bestimmung 401
- Dimethylformamid, Lösungsmittel bei der Bestimmung organischer Säuren 62
- Dimethylglyoxim, zur Bestimmung von Nickel aus homogener Lösung 446
- 2,4-Dimethylphenoxyessigsäure, papierchromatographisches Verhalten 366
- Dimethyl-propanole, Abtrennung 286
- Dimethylpyridine, Nachweis in Druckvergasungsteeröl 79
- Dimethylsulfolan, stationäre Phase zur Trennung von Aromaten 293
- Dinatriumhydrogenphosphat, Bestimmung 131
- Dinatriumhydrogenphosphit, Abtrennung 131
- 3,5-Dinitrobenzoesäure, zum Nachweis tertiärer Phosphine 355; Farbreaktion mit tertiären Phosphinen 358
- m-Dinitrobenzol, Farbreaktion mit Alkylphosphinoxiden und Tetraalkylphosphoniumsalzen 357
- 2,4-Dinitrophenylhydrazon, Trennung von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen aliphatischer Ketone 288
- 2,4-Dinitrophenylhydrazon des Acetons und des 4-Methyl-2-pentanons, Remissionspektren 60
- Dioxime, jodometrische Titration 70
- Diparcol, Bestimmung 240
- Diphen, Bestimmung 68
- Diphenylcarbazon, zur Titration von Silber und Quecksilber 134
- Diphenylin, Bestimmung 69
- 3,6-Diphenyl-1⁴-tetrahydrophthalsäure als Adsorptionsindicator 180

- Diphenylthioharnstoff, Bestimmung 5
 Diphosphorpyridinnucleotid, Bestimmung 136
 Dipropionsäureester, Bestimmung in Öllösungen und Salben 459
 Dithizon, Indicator bei der Bestimmung von Blei in Lebensmitteln 74
 Dolcental, Abtrennung 394
 Dolcentol, Abtrennung 394
 Doppelbasis-Treibmittel, Bestimmung von Celluloseacetat 305
 Doppelbindungen, vollautomatische coulometrische, bromometrische Mikrotitration 56; Bestimmung der Lage in einfach ungesättigten trans-Octadecensäuren 64
 Doppel-Zersetzung-Radiochromatographie zur Bestimmung von Stoffen auf Papierchromatogrammen 366
 Doriden, Bestimmung 235
 Dorschmehl, Zinngehalt 253
 Drogen, UV-spektrophotometrische Untersuchung von Pflanzendrogen 384
 Druckvergasungsteeröl, Nachweis von Pyridinen 79
 Düngemittel, Bestimmung von Phosphat 95
 Duraluminium, Bestimmung von Kupfer 436
 Dysprosium, Bestimmung 439; in verschiedenen Reaktorwerkstoffen 219
 Edelmetalle, Literaturübersicht über die amperometrische und polarographische Bestimmung 155
 Effortil, R_r-Wert und Farbreaktion 238
 Eiche, Zinngehalt 253
 Eierschalen, flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 396
 Eierteigwaren, Bestimmung des Ei-gehaltes 374
 Eigehalt, Bestimmung in Eierteigwaren 374
 Einschlüsse, Isolierung nichtmetallischer Einschlüsse von der Oberfläche polierter Schiffe 206
 Eisen, Fällung 135; Extraktionsmethode zur schnellen Trennung und quantitativen Bestimmung kleiner Mengen Eisen(II) und Eisen(III) 174; Bestimmung 152, 197, 254; Erfahrungen bei der Untersuchung mit direkt registrierenden Spektrographen 214; im Eisenhüttenlaboratorium 213; photometrische Bestimmung 153; redoxokinetische Titration mit Cer(IV) 432; Bestimmung mit Permanganat 153; komplexometrische Bestimmung 153; Trennung von Aluminium 148; Bestimmung in Silicium 210; in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; in Glimmern 220; in Flotationsprodukten von Tonen und Bauxiten 221; in biologischem Material 311; im Serum 314; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; auf die Phosphatbestimmung 95; Bestimmung von Kupfer in Gegenwart von Eisen 258; von Cer neben Eisen 228; von Thorium neben Eisen 145; von Uran neben Eisen 259; von Schwefel 380
 Eisen(II), Fällung 135
 Eisen(III), Bestimmung 134; als Acetylacetonat 177; Trennung von Uran 440
 Eisenhüttenlaboratorium, Erfahrungen mit den direkt registrierenden Spektrographen 213, 214
 Eiweißfuttermittel, Zinngehalt 253
 Elatographie, Grundlagen und Anwendung 161
 Elektroden, Bestimmung der Leitfähigkeiten mit unkonventionellen Elektrodensystemen 433; voltametrische, potentiometrische und amperometrische Studien an rotierenden Aluminiumelektroden 367; Studien an der rotierenden Aluminiumdrahtelektrode 367; rasch tropfende Quecksilberelektrode in der Polarographie 368; Verwendung rotierender Platinelektroden zur Phenolbestimmung 68
 Elektrophorese, Apparatur zur Immun-
 elektrophorese 315
 Elementaranalyse, Fortschritte der quantitativen organischen Mikroelementaranalyse 201; Verwendbarkeit einiger Metalloxyde 282; Bestimmung einzelner Elemente in organischen Substanzen 202; des aktiven Wasserstoffs in organischen Verbindungen 201; von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Verbindungen 52; mit automatischer Verbrennungskontrolle 201; Bestimmung von Submikromengen von Kohlenstoff in organischen Verbindungen 50; von Stickstoff in heterocyclischen sowie Azo-, Hydrazo- und Nitroverbindungen 52; von Sauerstoff in Salzen organischer Säuren 447; von Schwefel in organischen Verbindungen 52; von organisch gebundenem Fluor 447; von Chlor, Brom und Fluor in organischen Substanzen 54
 Elemente, Bestimmung in organischen Substanzen 202

- Emodine, Bestimmung der nichtsauren Emodine 461
- Empfindlichkeit, bei Verwendung verschiedener Trägergase in der Gaschromatographie 365
- Emulsionen, Bestimmung von Silber in photographischen Emulsionen 232
- Endrin, Farbreaktion 307
- Enole, Bestimmung 62; Titrationen 63; differentialpotentiometrische und photometrische Titration 61
- Enzymatische Methoden, Verwendung in der analytischen Chemie 314
- Enzymatische Reaktionen, Untersuchung mit Filterphotometer im UV-Licht 136
- Ephedrin, Bestimmung 389
- D,L-Ephedrin, R_f-Wert und Farbreaktion 238
- Erbium, Bestimmung 439; in verschiedenen Reaktorwerkstoffen 219
- Erdalkalielemente, Bestimmung in Silicatgesteinen 220
- Erdalkalitionen, Trennung von Alkalitionen 429
- Erdalkalisalze, Bestimmung von Sauerstoff in Erdalkalisalzen organischer Säuren 447
- Erdkalisuperoxyde, Bestimmung des Peroxyd- und Superoxydsauerstoffs 231
- Erdbeeren, Bestimmung von Quercetin 71
- Erdnuß, Zinngehalt 253
- Erdölfractionen, Bestimmung von Stickstoffspuren 80
- Eriochromcyanin, zur Fluoridbestimmung 445
- Erythrocyten, Bestimmung 315, 316
- Erze, Bestimmung von Edelmetallen 156; von Thorium mit Arsenazo 220; von Germanium 147; von Zirkonium 442; von Platin und Palladium 224
- Esche, Zinngehalt 253
- Essigsäure, papierchromatographische Bestimmung 62; Bestimmung im Garbad von Marinaden 454; in Kulturen 316
- Ester, Bestimmung von α,β -ungesättigten Estern 289
- Ethmodiscus rex, Bestimmung von Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Cl⁻ und SO₄²⁻ im Zellsaft 311
- Europium, Bestimmung 439; in verschiedenen Reaktorwerkstoffen 219
- Extrakte, UV-spektrophotometrische Untersuchung 384
- Extraktion, Verlauf der Extraktion mit Lösungsmitteln 371
- Extraktionsmechanismus, bei Verteilungsverfahren in der anorganischen Analyse 129
- Fällungen, Bestimmung von Edelmetallen 156
- Fällungstitrationsen, Verwendung metallspezifischer Indicatoren 1; Verhalten von Adsorptionsindicatoren 134
- Farbige Bestandteile, Bestimmung in Hibiscus sabdariffa L. 234
- Farbstoffe, Nachweis von Lebensmittel-farbstoffen 78; Abtrennung und Identifizierung von Lebensmittel-farbstoffen 78
- Ferrocenalddehyd, R_f-Wert 296
- Ferrocencarboxylsäure R_f-Wert 296
- Ferrocene, Bestimmung kristalliner Ferrocene 296; papierchromatographische Trennung von Ferrocenen und Ferrocenderivaten 296; R_f-Wert 296
- Ferrovanadin, Bestimmung von Vanadium 380
- Fettalkohole, Bestimmung in Gemischen mit Kohlenwasserstoffen 449
- Fettalkoholmischungen, gaschromatographische Analyse 307
- Fette, Bestimmung der Ranzigkeit 75; des Säuregrades von Butterfett 76; Nachweis der handelsüblichen Fremdfette in Kakaobutter und Schokolade 372; papierchromatographische Bestimmung von Fremdfett der Kokosfettgruppe in Schokolade 373; Bestimmung in Mayonnaise 455; Nachweis von Antioxydantien in Speisefetten 373; Erkennung von Peroxyden 75
- Fettsäureester, Bestimmung der Kokos- und Rübölfettsäureester 64; der Gesamtfettsäureester im Plasma nach der Hydroxamsäuremethode 397
- Fettsäuren, papierchromatographische Bestimmung flüchtiger Fettsäuren 62; Bestimmung gesättigter Fettsäuren auf Papierchromatogrammen 366; Bestimmung der Jodzahl von Monoenfettsäuren mit Bromsuccinimid 289; Bestimmung trans-ungesättigter Fettsäuren in cis-isomeren und gesättigten Verbindungen 451; Bestimmung in Kulturen von saccharolytischen Sporenbildnern 316; nicht veresterter Fettsäuren im Blut und Gewebe 316
- Feuchtigkeit, Bestimmung in Zuckern 76; in Saccharose und Raffinade-zucker 292; Verdrängung aus gas-

- chromatischem Träger-Material durch Ammoniak 365; siehe auch Wasser
- Feuchtigkeitsempfindliche Substanzen, Handhabung 407
- Fichtenreis, Zinngehalt 253
- Filet, Bestimmung des Frischegrades 77
- Filme, Bestimmung von Silber 232
- Filterphotometer, für Konzentrationsbestimmungen im UV-Licht 136
- Filtrierpapiermethode, zur Schnellprüfung von Konservierungsmitteln gegen Schimmelpilze 456
- Fischmehl, Zinngehalt 253
- Flammenphotometrie, Grundlagen 126; Ausnutzung der hohen Flammentemperatur der Cyansauerstoffflamme 126; Störungsmechanismus 126; Einfluß des Vanadiums auf die Calciumemission in der Flamme 96
- Flotationsprodukte, Bestimmung von Aluminium, Silicium und Eisen 221
- Fluor, Bestimmung in organischen Substanzen 54, 202; von organisch gebundenem Fluor 447; Bestimmung in Wein 159; in tonerdehaltigen Materialien 222; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; Bestimmung von Silicium neben Fluor 146
- Fluorbenzoesäure, Identifizierung 58
- Fluor-2,4-dinitrobenzol, Identifizierung 58
- 2-Fluor-4,6-dinitrophenol, Identifizierung 58
- Fluorenpikrat, stationäre Phase bei der Untersuchung organischer Lösungsmittel 434
- Fluoresceinverbindungen, als Indikatoren bei argentometrischen Titrationen 179
- Fluorid, Emissionserhöhung des Aluminium-Flammenspektrums durch Fluorid 262; Oxydationen mit Permanganat in Gegenwart von Fluorid 418; Bestimmung mit Eriochromcyanin oder Natriumalizarinsulfonat 445; mit Hilfe von Uran(IV) 445; Bestimmung neben Aluminium 438; Bestimmung in Calciumphosphat 229; im Urin 314
- Fluoride, Bestimmung von Cer neben anderen Metallen 228
- Fluorimetrie, Beiträge 414
- Flußsäure, Einfluß auf die Aluminiumemission 263
- Formaldehyd-Phenol-Reaktionsprodukte, Untersuchung der niedermolekularen Reaktionsprodukte 302
- Frauenmilch, Nachweis der Verfälschung durch Kuhmilch 374
- Fremdfett der Kokosfettgruppen, Nachweis in Schokolade 373
- Fremdfette, Nachweis in Kakaobutter und Schokolade 372
- Frischegrad, Bestimmung von Seefisch und Filet 77
- Fructose, Bestimmung in Gegenwart von Aldopentosen und Aldoheptosen 66
- Fumarsäure, Titration 451
- Funktionelle Gruppen, Bestimmung 57
- Furandantin, Bestimmung 236
- Furfur, Bestimmung im Brot 454
- Furfuröl-Äthylacetat-Wasser, Untersuchung der Löslichkeitsgrenzen 434
- Futtermittel, Zinngehalt 253; Bestimmung von Vitamin A 375; von Tocopherolen 377
- G-Säure, Trennung von R-Säure 165
- Gadolinium, Bestimmung 439; in verschiedenen Reaktorwerkstoffen 219
- Galakturonsäure, Bestimmung 67
- Galenische Zubereitungen, Bestimmung des Äthanolgehaltes durch Siedetemperaturen 385
- Gallium, Fällung 135; Bestimmung in Silicium 210
- Gallussäure, Bestimmung durch Fluoreszenzmethode 71
- Garbad von Marinaden, Bestimmung von Essigsäure 454
- Gas-Adsorptionschromatographie, Betrachtungen über die Gas-Adsorptionschromatographie 365
- Gaschromatographie, Verwendung verschiedener Trägergase 365; Verdrängung der Feuchtigkeit aus dem Trägermaterial durch Ammoniak 365
- Gase, Nachweis in der qualitativen Analyse 364; spektralphotometrische Titration von Kohlendioxyd 204; Analyse kohlenwasserstoffhaltiger Gase durch Gaschromatographie 365
- Gas-fest-Chromatographie zur Trennung von Wasserstoffisotopen 137
- Gelatine, Bestimmung von Hydroxyprolin 398
- Geraniol, chromatographische Trennung von Linalool 278
- Germanium, Fällung 135; colorimetrische Bestimmung mit Methylisobutylketon 146; Bestimmung mit Phenylfluoron 147; Bestimmung in Gegenwart anderer Metalle 147; Bestimmung in Kohlen 147
- Gerste, Zinngehalt 253
- Gesteine, Bestimmung von Thorium mit Arsenazo 220; von Germanium 147

- Gewebe, Bestimmung von nichtveresterten Fettsäuren 316
- Gewebshydrolysate, Bestimmung von Hydroxyprolin 397
- Glimmer, Bestimmung von Al, Si, Mg, Fe, Mn und Ca 220
- Glucosamin, Bestimmung 316
- Glucose, Bestimmung 291
- Glucose-1-phosphate, Bestimmung auf Papierchromatogrammen 366
- Glucuronlacton, Bestimmung 67
- Glutarsäure, Bestimmung 371, 451
- Glutarsäureimid-Abkömmlinge, Gehaltsbestimmung 235
- Glutathion, Nachweis auf Papierchromatogrammen 128
- Gluthetimid, Bestimmung 235
- Glycerin, verschiedene Bestimmungsmethoden 65
- Glycin, R_r-Wert 310
- Glyoxal, Bestimmung 65
- Gold, Fällung 135; Bestimmung 140; mit Phenyl- α -Pyridyl-Ketoxim 436; Abtrennung von Zink 141; Bestimmung in Sulfiderzen durch Extraktion 194; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 157
- Gold(III), Bestimmung 367
- Gold-Aluminiumlegierungen, Kupellation 352
- Goldbromwasserstoffsäure, zum Nachweis von Anabasin neben Nicotin und Nicotyrin 390
- Gossipetin, Bestimmung 234
- Gossipetrin, Bestimmung 234
- Graphite, Bestimmung von Spurenelementen 297
- Guaiaoxyessigsäure, Reagens auf Thorium und Zirkonium 110; Reaktionen 105
- Guanidinderivate, papierchromatographische Trennung 65
- Guanidinherstellung, Bestimmung von Ammoniumnitrat in der Mutterlauge der Guanidinherstellung 149
- Guanidinnitrat, Bestimmung von Ammoniumnitrat 149
- Guanidinobuttersäure, Abtrennung 65
- Gummi, Oxydation 448
- Gußeisen, Bestimmung von Magnesium 214; von Carbid in weißem Gußeisen 216
- Haare, Bestimmung von Arsen in den Haaren lebender und toter Lebewesen 314
- Haarfärbemittel, Untersuchung 309
- Hämagglutination, Anwendung 315
- Hämoglobine, Bestimmung mit künstlichem Standard 464; schnelle elektrophoretische Trennung 464; Bestimmung von Plasma- und Hämoglobin 464
- Härte, Bestimmung im Wasser 123
- Hafer, Zinngehalt 253
- Hafnium, Bestimmung durch Röntgenspektralanalyse 125; Einfluß auf die Bestimmung von Scandium 143
- Halogene, Bestimmung des Halogengehaltes in Chlor- und Bromacetyl- α -aminosäurederivaten 61; Bestimmung von Stickstoff in Gegenwart von Halogen 52; Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen in Gegenwart von Halogenen 53
- Halogenide, mikroskopische Identifizierung aromatischer Halogenide 58; Nachweis in der qualitativen Analyse 132; Nachweis neben Rhodanid 151
- Halogenionen, Bestimmung von Silber neben Halogenionen 232
- 1-Halogenonaphthalin, stationäre Phase zur Trennung von Aromaten 293
- Halogenverbindungen, Bestimmung aromatischer Halogenverbindungen 61
- Harn, Bestimmung von Na, K und Ca 311; Abtrennung von Valamin, Dolcental und Dolcentol 394; Bestimmung von Adrenalin, Noradrenalin und Hydroxytyramin 398; von 3-Methoxy-4-hydroxymandelsäure 399; siehe auch Urin
- Harnhämoglobin, Abtrennung 464
- Harnsäure, Bestimmung 44
- Harnstoff, colorimetrische Bestimmung 64; Bestimmung von Ammoniumsalzen 149
- Hartmetalle, Bestimmung von Titan 441; von Kobalt mit Hexacyanoferrat(III) 218
- Haut, Bestimmung der Präcipitaten, die aus Quecksilbersalben aufgenommen werden 313
- Hautanaphylaxe, Anwendung 315
- HCH, Bestimmung in Mischungen 306
- Heterocyclische Stickstoffverbindungen, Oxydation 448
- Heterocyclische Verbindungen, Bestimmung von Stickstoff 52
- Hexachlorcyclohexan, Bestimmung in Mischungen 306
- Hexacyanoferrat(III), zur Titration von Kobalt in Lösungen 192; zur Bestimmung von Kobalt in Stählen, Hartmetallen, Legierungen und Silicaten 218

- Hexahydro-1,3,5-trinitro-s-triazin, Bestimmung in Gemischen 453
- Hexamethylenetetramin, Bestimmung von Ammoniumsalzen 149
- Hexaminmandelat, Bestimmung 239
- Hexan- β , β , ϵ , ϵ -tetracarbonsäure, Bestimmung 371
- Hexathiocyanatochrom(III)-ion, Bestimmung 81
- Hibiscetin, Bestimmung 234
- Hibiscetrin, Bestimmung 234
- Hibiscin, Bestimmung 234
- Hibiscus sabdariffa L., Bestimmung von farbigen Bestandteilen 234; Nachweis von Ascorbinsäure 235
- Hochfrequenz-Titriergerät für kapazitive Meßzellen 434
- Hochofenschlacke, Bestimmung des Schwefelgehaltes 223
- Holmium, Bestimmung 439
- Huminstoffe, Extraktion aus dem Boden 227
- Hydrazide, Bestimmung 62
- Hydrazin, Bestimmung neben Hydrazinphthalazinen 168
- Hydrazinphthalazine, Bestimmung von freiem Hydrazin neben Hydrazinphthalazinen 168
- Hydrazinsalze, Bestimmung von Ammoniumionen neben Hydrazinsalzen 149
- Hydrazoverbindungen, Bestimmung von Stickstoff 52
- Hydrierzahl, Bestimmung in organischen Verbindungen 448
- Hydrochinon, Bestimmung 68
- Hydrochinondimethyläther, Einfluß auf die Autoxydation von Terpinolöl 431
- Hydrocortison, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 463
- Hydroxamsäuremethode zur Bestimmung der Fettsäureester im Plasma 397
- Hydroxyd, Bestimmung in Mischungen 131
- Hydroxydlösung, zur Polarographie von Blei 441
- Hydroxylammoniumsalze, Bestimmung von Ammoniumsalzen 149
- Hydroxymethylferrocen, R_f -Wert 296
- 3-Hydroxy-2-naphthanilid, Röntgenpulverbeugungsdiagramme 452
- 2-Hydroxy-3-naphthoesäure, zur Bestimmung von Eisen 153
- Hydroxyprolin, Bestimmung in Gewebeshydrolysaten 397
- p-Hydroxypropioiphenon, Bestimmung in pharmazeutischen Zubereitungen 386
- Hydroxytyramin, Bestimmung im Harn 398
- IBM 650-Rechenmaschine, Verwendung in der Massenspektrometrie 369
- Imidazoline, Trennung 167
- Imide, Bestimmung 62; Titration 63; differential-potentiometrische und photometrische Titration 61
- β , β' -Iminodipropionitril, stationäre Phase bei Trennung von Schwefelverbindungen 286
- Immunelektrophorese, Apparatur 315
- Immunologische Nachweismethoden 315
- Indikatoren, Entwicklung der Säure-Base-Indikatoren 369; metallspezifische Indikatoren für Fällungstitrationen 1; Studien an Adsorptionsindikatoren 179, 186; Verwendung von Adsorptionsindikatoren in der Komplexometrie 134; Verhalten von Adsorptionsindikatoren bei Fällungsmaßenanalysen 134; Calcein als Fluoreszenzindicator bei der Calciumbestimmung 312; Methylrot als Adsorptionsindicator bei der Zinktitration 438; Thymolblau, Dithizon und Methylrot, Indikatoren bei der Bleibestimmung in Lebensmitteln 74; β -Nitroso- α -naphthol zur Bestimmung von Kobalt im Wein 74; Verwendung von Farb-indikatoren bei der Titration organischer Säuren 61; Mischindikatoren von Methylrot und sulfonierten Phthalocyaninen 359; Azoviolett bei der Bestimmung von organischen Säuren 62
- Indium, Fällung 135
- Indolylcarbonsäuren, Zusammenhänge der R_f -Werte mit der Länge der Seitenkette 56
- Infrarotanalyse, zur Bestimmung organischer Substanzen 56
- Injektionslösungen, Bestimmung von Reserpin 393
- Inosit, Bestimmung mit Perjodat 396
- Inosit-Perjodatreaktion, Einfluß von pH und Temperatur 396
- Ionen, papierchromatographische Trennung 429
- Ionenaustauscher, zur Abtrennung von Metallionen von Phosphat 1
- Ionenaustauschharze, Oxydation 448
- i-Q-Schreiber, für coulometrische Schnellanalysen 372
- Iridium, Fällung 135
- Isobuttersäure, Bestimmung in Kulturen 316
- Isobutyläthylbarbital, Nachweis 236
- Isoniacid, radiochromatographische Bestimmung 458
- Isophthalsäure, Bestimmung 371, 451

- Isopren, Bestimmung in Reaktionsgemischen 302
- Isopropanol, Mischung mit Äthylenglykol als Lösungsmittel für schwache Säuren 63
- Isopropanolamin, R_f -Wert 309
- Isopropyladrenalin, Identifizierung 237
- Isopropyl-methyl-phosphorofluoridat, Probenahme und Analyse 307
- Isovaleriansäure, Bestimmung in Kulturen 316
- Jod, Bestimmung auf Papierchromatogrammen 151; Bestimmung mit Natriumthiosulfat 432; Bestimmung in organischen Substanzen 202; spektrophotometrische Bestimmung des frei werdenden Jods bei der Perjodat-inositreaktion 397
- Jodat, Nachweis 151
- Jodbenzoesäure, Identifizierung 58
- Joddampf, zum Nachweis von Flecken organischer Verbindungen 128
- Jod₂-o-dianisidin, bei der Titration von Eisen 134
- 2-Jod-4,6-dinitrophenol, Identifizierung 58
- Jodhaltige Verbindungen, Bestimmung auf Papierchromatogrammen 151
- Jodid, Nachweis in der Analyse 132; Bestimmung 183; argentometrische Bestimmung 188; Nachweis neben Rhodanid 151; Bestimmung neben Arsenat 151; neben einem Chloridüberschuß in Wasser 204
- Jod-4-nitrobenzol, Identifizierung 58
- Jodzahl, Bestimmung von Monoenfettsäuren mittels Bromsuccinimid 289
- Käse, Bestimmung von Blei 73; von Salz 455
- Kakaobutter, Nachweis der Fremdfette 372
- Kalium, Nachweis als Tetraphenylborat 138; Bestimmung 138, 431, 435; Ultramikrobestimmung 435; Bestimmung in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; in metallischem Wolfram und Wolframoxyden 213; in aluminiumreichen Silicaten 221; in pharmazeutischen Präparaten 456; im Zellsaft von Pflanzen 311; in Serum und Harn 311; Einfluß von Lösungsmitteln auf die Verteilung von Kalium an Sulfoharzen 138; Einfluß auf die Phosphatbestimmung 95
- Kaliumchlorid, Einfluß auf die Zinnbestimmung 243
- Kaliumchromat, Bestimmung 131
- Kaliumdichromat, Bestimmung 131
- Kaliumdihydrogenphosphatlösungen, Analyse 91
- Kaliumhydrogenphthalat, Bestimmung 131
- Kaliumjodidlösung, zur Bestimmung von Fettsäuren in anorganischen Phosphaten 366
- Kaliumpermanganat, Oxydation mit Kaliumpermanganat in Gegenwart von Fluorid 418
- Kaliumpersulfat, Bestimmung in Butadien-Styrol-Latex 304
- Kapokwachs, Untersuchung 382
- Kartoffel, Zinngehalt 253
- Katalysatoren, Bestimmung von Platin in Tonerdekatalysatoren 230
- Kationen, Trennung in Form ihrer Sulfide 130; Abtrennung von Arsen 149
- Ketogruppen, Bestimmung in Ketonen, Ketonsäureestern und Diketonen 450
- Ketone, Zusammenhang des R_f -Wertes mit der Länge der Seitenkette 56; Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 288; papierchromatographische Abtrennung in Form der Kondensationsprodukte mit Rhodanin 59; Bestimmung der Ketogruppen 450
- Ketosäureester, Bestimmung der Ketogruppen 450
- Ketosäuren, Zusammenhänge der R_f -Werte mit der Länge der Seitenkette 56
- Δ^4 -3-Ketosteroidrückstände, Bestimmung in einem Δ^4 -3-Ketosteroidgemisch 462
- Kiefernreis, Zinngehalt 253
- Knaulgras, Zinngehalt 253
- Kobalt, Fällung 135; Nachweis und halbquantitative Bestimmung 155; Bestimmung mit Mischindikatoren 360; photometrische Bestimmung 154; papierchromatographische Bestimmung 127; Titration mit alkalischer Cyanoferat(III)-lösung in verdünnten Lösungen 192; Abtrennung von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; von Uran 440; von Zirkonium 33; von Mangan 446; Bestimmung in Wein 74; in Blei 205; in Titan und Zirkonium 211; mit Kaliumhexacyanoferat(III) in Stählen, Hartmetallen und anderen Legierungen und Silicaten 218; Bestimmung im Boden 226; in biologischem Material 311; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243
- Kobalt(II)-chlorid, Abtrennung 154

- Kobaltoxyd, Verwendung in der Elementaranalyse 283
- Körper, Bestimmung des Gesamtwassers 310
- Körperflüssigkeiten, Bestimmung polycyclischer und cancerogener Kohlenwasserstoffe 398
- Kohlen, Oxydation 448; Bestimmung von Germanium 147
- Kohlendioxyd, spektralphotometrische Titration in Gasen 204
- Kohlengestein, Bestimmung von Spurenelementen 297
- Kohlenhydratsulfonsäure, Trennung von den Lignosulfonsäuren aus den Sulfitlaugen der Zellstoffverarbeitung 300
- Kohlenstoff, Mikrobestimmung mit automatischer Verbrennungskontrolle 201; Bestimmung von cyclisch polymerisiertem Kohlenstoff in Koks 79; in organischen Verbindungen 50, 52
- Kohlenwasserstoffe, Analyse durch Gaschromatographie 365; Nachweis polykernaromatischer Kohlenwasserstoffe 293; Bestimmung in Gemischen mit Fettalkoholen 449; Bestimmung von Alkanthiolen 298; polycyclischer und cancerogener Kohlenwasserstoffe in Körperflüssigkeiten 398
- Kokosfett, Nachweis als Fremdfett in der Schokolade 373
- Kokosfettsäurebasis, Bestimmung von p-tert.-Butylbenzoesäure in Alkydharzen auf Kokosfettsäurebasis 301
- Kokosfettsäuren, Bestimmung 64
- Koks, Bestimmung von cyclisch polymerisiertem Kohlenstoff in Koks 79
- Komplexometrie, Verwendung von Adsorptionsindikatoren 134
- Konservierungsmittel, Schnellprüfung von Konservierungsmitteln gegen Schimmelpilze 456
- Konzentrate, Bestimmung von Edelmetallen 156; von Molybdän 227; von Platin und Palladium 224
- Kraftfuttermittel, Zinngehalt 253
- Kresoxyessigsäuren, Reagentien auf Thorium und Zirkonium 109; Reaktionen 105
- 2-o-Kresoxypropionsäure, Reaktionen 105; Reagens auf Zr 110
- Kuhmilch, Nachweis als Verfälschung in Frauenmilch 374
- Kupfer, beim Nachweis von Peroxyden 75; Fällung 135; Nachweis mit 1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure 411; Bestimmung 129, 254, 436; von Mikrogrammengen 435; papierchromatographische Bestimmung 127; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 369; Bestimmung mit Mischindikatoren 360; gemeinsame Bestimmung von Dichromat und Kupfer(II) 324; Trennung von Cadmium ohne Verwendung von Cyanid 133; von Cadmium und Zink 139; von Quecksilber 139; von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; von Zirkonium 33; Bestimmung in Gegenwart von Eisen 258; Bestimmung in Wasser-Alkoholgemischen und in Branntweinen 158; in Messing und Bronze 206; in Amalgam 206; in Silicium 210; in biologischem Material 311; im Blutserum 395; Einfluß auf die Zinnbestimmung 242, 243; auf die Palladiumbestimmung 157; Störung der Kobaltbestimmung in Legierungen 211; Untersuchung des Einflusses auf die Autoxydation von Terpinol 431; Bestimmung von Scandium neben Kupfer 143; von Cer neben Kupfer 228; von Uran neben Kupfer 259; Nachweis von Blei neben Kupfer 323; Bestimmung von Spuren Selen oder Tellur 378; von Nickel in Rohkupfer 206
- Kupfer(II), Trennung von Uran 440
- Kupfer(II)-acetat, Bestimmung 131
- Kupferbromidlösung, zum Nachweis von Anabasin neben Nicotyrin und Nicotin 390
- Kupfer-Nickellegierungen, Bestimmung von Nickel 207
- Kupfersalzmethode, zur Bestimmung von Aminosäuren 319
- Kynurenin, Bestimmung 320
- Lanthan, Bestimmung 439; Abtrennung als Oxinkomplex 144; Abtrennung von Zirkonium 33; Bestimmung von Thorium neben Lanthan 145
- Lanthan-140, Herstellung von trägerfreiem Lanthan-140 145
- Largactil, Bestimmung 240
- Laxantien, Bestimmung von Diacetoxydiphenyl-pyridyl-methan 395
- Lebensmittel, Bestimmung von Blei 72; von Rohfaser 74; von Tocopherolen 377
- Lebensmittelfarbstoffe, Nachweis mit quartären Ammoniumverbindungen 78; Abtrennung und Identifizierung 78
- Lebewesen, Bestimmung von Arsen in den Haaren 314
- Legierungen, Bestimmung von Edelmetallen 156; von Zirkonium 442;

- von Stickstoff 205; von Niob und Tantal 379; von Molybdän neben größeren Titanengen 212; von Kobalt mit Hexacyanoferrat(III) 218
- Leguminosen, Bestimmung von Coumestrol 462
- Lein, Zinngehalt 253
- Leinsamen, Analyse 307
- Leitfähigkeiten, Bestimmung mit unkonventionellen Elektroden systemen 433
- Leitungswasser, Zinngehalt 253
- Letternmetall, Bestimmung von Antimon 379
- Lignosulfonsäuren, Trennung von Kohlenhydratsulfonsäuren aus den Sulfitaugen der Zellstoffverarbeitung 300
- Linalool, chromatographische Trennung von Geraniol 278
- Linolensäure, Bestimmung 451
- Linolsäure, Bestimmung 451
- Lipoide, Nachweis auf Papierchromatogrammen 128
- Lithium, Bestimmung 431; Bestimmung und Abtrennung von anderen Alkalielementen 349; Bestimmung in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; in aluminiumreichen Silicaten 221; Einfluß von Lösungsmitteln auf die chromatographische Verteilung von Sulfoharzen 138
- Löslichkeitsgrenzen, Bestimmung im System Äthylacetat-Furfurol-Wasser 434
- Lösungsmittel, Verlauf der Extraktion 371; gaschromatographische Analyse aromatischer Lösungsmittel 433
- Luft, Nachweis von Stickstoff 203; Bestimmung von Stickoxyden 202; von Benzidin 203; der vorhandenen Proteine 202
- Luftempfindliche Substanzen, Arbeitstechnik zur Handhabung 407
- Lupinenalkaloide, photometrische Mikrobestimmung 392
- Luzerne, Zinngehalt 253
- Magensaft, Aciditätsbestimmung 461
- Magnesium, Bestimmung 430; mit Mischindikatoren 360; komplexometrische Bestimmung 121; Abtrennung der Seltenen Erden 219; von Thorium 28; von Zirkonium und Zirkonium 115; von Zirkonium 33; Bestimmung in hochreinem Aluminium 209; in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; in Gußeisen 214; in Glismern 220; im Salz 232; im Zellsaft von Pflanzen 311
- Magnesium-Ammonium-Phosphatniederschlag, Analyse 91
- Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Cadmium 208
- Magnesiummandelat, Bestimmung 239
- Magnesiumsulfat, Einfluß auf die Zinnbestimmung 243
- Mais, Zinngehalt 253
- Maleanilinsäure, zur Bestimmung von Thorium 23; von Zirkonium 30
- Maleinsäure, Titration 451
- Malonaldehyd-Thiobarbitursäure-Reaktion zur Bestimmung von 2-Desoxyzuckern 291
- Malonsäure, Titration 451
- Mandelsäure, Bestimmung 239
- Mandelsäurebenzylester, Bestimmung 239
- Mangan, Fällung 135; Bestimmung kleiner Mengen mit 8-Mercaptochinolin 152; Abtrennung von Thorium 28; von Zirkonium 33; von Kobalt 446; Bestimmung in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; in Glismern 220; im Boden 226; in Benzin 299; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; Störung durch Aluminium bei der Bestimmung in Eisenlegierungen 214
- Mangan-Sauerstoff-Verhältnis, Bestimmung in Braunstein 16
- Margarine, Bestimmung von Sorbinsäure 453
- Marinaden, Bestimmung von Essigsäure im Garbad 454
- Massenspektrometrie, Verwendung der IBM 650-Rechenmaschine 369
- Mayonnaisen, Bestimmung von Fett 455; von pflanzlichen Verdickungsmitteln 455
- Megimid, Bestimmung 236
- Mepazin, Bestimmung 387
- Mercaptane, gaschromatographisches Verhalten 286; differentialpotentiometrische und photometrische Titration 61
- 2-Mercaptobenzimidazol, zur Bestimmung von Palladium 157
- 2-Mercaptobenzthiazol, zur Bestimmung von Palladium 157
- Mercaptobenzthiazollösungen, Titrationen mit 2-Mercaptobenzthiazollösungen 128
- 8-Mercaptochinolin, zur Bestimmung von Molybdän in Legierungen neben Titan 212; zur Bestimmung von Mangan in kleinen Mengen 152
- Messing, Bestimmung von Kupfer und Zink 206; von Zink, Blei und Cadmium 207

- Metallantimonate, Bestimmung von Antimon 379
- Metalle, polarographische Bestimmung von Verunreinigungen in quecksilberlöslichen Metallen 205; Abtrennung der Seltenen Erden 219; Bestimmung von Stickstoff 205; von Schwefel in organischen Verbindungen in Gegenwart von Metallen 53
- Metallionen, Abtrennung von Phosphat mit Hilfe von Ionenaustauschern 1
- Metallnitrate, Verteilungsverhalten der Papierchromatographie 127
- Metallnitride, Bestimmung von Stickstoff 211
- Metalloxyde, Anwendung in der organischen Elementaranalyse 282; Bestimmung von Sauerstoff 210
- Methadon, Bestimmung 240
- Methansulfonsäure, Bestimmung 370
- Methionin, Nachweis auf Papierchromatogrammen 128
- 3-Methoxy-4-hydroxymandelsäure, Bestimmung im Harn 399
- β -Methyl- β -äthylglutarimid, Bestimmung 236
- Methyläthylketon, Bestimmung neben Äthylacetat 290
- ω -Methylamino-3,4-dihydroxyacetophenon, Bestimmung in Adrenalinlösungen 238
- Methylbernsteinsäure, als Adsorptionsindicator 186
- 3-Methylbrenzcatechin, Bestimmung 68
- Methylbutanole, Abtrennung 286
- Methyleyclopentene, Analyse 72
- Methyleyclopentan, Analyse 72
- Methylgruppen, Bestimmung des Verhältnisses zu Phenylgruppen in Siliconpolymeren 384
- C-Methylgruppen, Bestimmung 57
- Methylisobutylketon, zur Bestimmung von Germanium 146
- 4-Methylisophthalsäure, Bestimmung 295
- Methylmalonsäure, Bestimmung 371
- 4-Methyl-2-pentanon, Remissionsspektrum des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 60
- Methylphenobarbital, Nachweis 236
- p-Methylphenoxyessigsäure, papierchromatographisches Verhalten 366
- Methylphenyl-dodecyl-trimethylammonium, Bestimmung 309
- 4-Methylphthalsäure, Bestimmung 295
- Methylrot, Mischindikatoren mit sulfonierten Phthalocyaninen 359; Adsorptionsindicator bei der Zinktitration 438; Indicator bei der Bestimmung von Blei in Lebensmitteln 74
- Methylterephthalsäure, Bestimmung 295
- Methyltestosteron, Nachweis in 1-Dehydromethyltestosteron 166
- Methylthymolblau, Indicator bei der Bleibestimmung 227
- Metol, R_f -Wert 310
- Meßzellen, im Hochfrequenz-Titriergerät 435
- Mikroanalyse, Anorganische qualitative Mikroanalyse (MALISSA, BENEDETTI-PISCHLER) 125 [L]
- Mikroelementaranalyse, Fortschritte der quantitativen organischen Mikroelementaranalyse 201
- Milch, Trennung von Strontium-90 von Calcium 160; Nachweis der Verfälschung von Frauenmilch durch Kuhmilch 374; Elektrophorese von Proteinen 76
- Milchprodukte, Nachweis von Zwischenprodukten der ersten Bräunungsreaktion 77
- Mineralien, Bestimmung kleiner Uranmengen 380; von Phosphat 95
- Molybdän, Fällung 135; papierchromatographische Bestimmung 127; turbidimetrische Mikrobestimmung 150; Mikrobestimmung mit Morin 444; Abtrennung von Zink 141; Bestimmung neben größeren Titanmengen 212; Bestimmung in Schneldrehstählen 218; im Boden 226; des leichtlöslichen Molybdängehaltes in Böden 381; Bestimmung in Konzentraten 227; in biologischem Material 311; Einfluß auf die Zinnbestimmung 242, 243; Bestimmung von Cer neben Molybdän 228
- Molybdänite, Bestimmung von Rhenium 223
- Molybdat, Farbreaktion mit Phosphin-oxyden, Schwefelkohlenstoff und Natriumhydroxyd 358; Verwendung zur Trennung von Phenolen 294
- Monazitsand, Bestimmung von Thorium 27, 116, 225
- Monoäthanolamin, R_f -Wert 309
- Monocarbonsäuren, Zusammenhang der R_f -Werte mit der Länge der Seitenketten 56; Trennung höherer aliphatischer, benachbarter, gesättigter, paariger und unpaariger Monocarbonsäuren 288
- Monoenfettsäuren, Bestimmung der Jodzahl mittels Bromsuccinimid 289
- Morin, zum Nachweis und zur colorimetrischen Mikrobestimmung von Molybdän 444

- Moste, Bestimmung von Saccharose 158
 Motoröle, Bestimmung von Phosphor 298
 Multivitaminmischungen, Bestimmung von Vitamin D 376
 Mutterlaugen, Bestimmung von Ammoniumnitrat in Mutterlaugen der Guanidinherstellung 149
 Myricetin, Bestimmung 234
- Nagellacke, Prüfung bei der Betriebskontrolle 310
 Naphthalin- β -sulfonsäure, Bestimmung 370
 Naphthenat-Trocknungsmittel, Bestimmung von Zirkonium 305
 Naphthionsäure, fluorimetrische Bestimmung von kurzwelligem UV-Licht 414
 Naphthol AS, Röntgen-Pulverbeugungsdiagramme 452
 Naphthol-disulfonsäuren, Trennung der 2-Naphthol-3,6-disulfonsäure von 2-Naphthol-6,8-disulfonsäure 165
 β -Naphthoxyessigsäure, Reagens auf Thorium und Zirkonium 110; Reaktionen 105
 Naphthylaminderivate, Einfluß des pH auf die Fällung von Zirkonium 31; von Thorium 25, 28
 Naphthylamine, Nachweis 294
 Naphthylaminsulfonsäuren, Bestimmung 295
 β -Naphthylthioharnstoff, Bestimmung 5
 Natrium, Bestimmung 138, 431; flammenphotometrische Bestimmung in Aluminiummetall 328; Bestimmung in Silicium 210; in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; in metallischem Wolfram und Wolframoxiden 213; in aluminiumreichen Silicaten 221; im Zellsaft von Pflanzen 311; in Serum und Harn 311; Einfluß auf die Phosphatbestimmung 95; Einfluß von Lösungsmitteln auf die Verteilung an Sulfoharzen 138
 Natriumalazarinsulfonat, zur Bestimmung von Fluorid 445
 Natriumammoniumhydrogenphosphat, Bestimmung 131
 Natriumazid, Bestimmung von Ammoniumsalzen 149
 Natriumbromid, Bestimmung 131
 Natriumcarbonat, Bestimmung in Mischungen 231
 Natriumchlorat, Bestimmung 131
 Natriumchlorid, Bestimmung 131; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243
 Natriumcitrat, Bestimmung 131
 Natriumdodecylbenzolsulfonat, stationäre Phase bei der Trennung von Phenolen 68
 Natriumhydrogencarbonat, Bestimmung in Mischungen 231
 Natriumhydroxyd, Bestimmung in Mischungen 231
 Natrium-Kaliumtartrat, Bestimmung 131
 Natriumlaurylsulfat, Bestimmung von anorganischem Sulfat 383
 Natrium-p-(mercaptacetamido)-benzolsulfonat, zur Bestimmung von Kobalt 154
 Natriummethylat, zur Bestimmung von Säuren und ihren Derivaten 60
 Natriumnitrat, Abtrennung 131; Bestimmung in Mischungen 131
 Natriumnitrit, Bestimmung 131; in Mischungen 131
 Natriumoxalat, Abtrennung 131
 Natriumperchlorat, Bestimmung 131
 Natrium-pyrrolidindithiocarbaminat zur Bestimmung von Cu, Bi, Sb und Sn 436
 Natriumsulfat, Bestimmung von Sulfat 231
 Natriumtetraphenylborat, zur Bestimmung von K, Rb und Cs 435
 Natriumthiosulfat, zur Bestimmung von Jod 432
 Neodym, Abtrennung als Oxinkomplex 144
 Nepresol, Bestimmung von Hydrazin neben 1,4-Dihydrazinophthalazin (Nepresol) 168
 Nervengase, Probenahme im Gelände und Analyse 307
 Neutralrot, bei der Titration organischer Säuren 61
 Nichteisenmetalle, Bestimmung von Schwefel 380
 Nickel, Fällung 135; Nachweis und halbquantitative Bestimmung 155; Bestimmung aus homogener Lösung mit Dimethylglyoxim 446; Abtrennung von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; von Uran 440; von Zirkonium 33; Bestimmung in Rohkupfer durch Wechselstrompolarographie 206; in Kupfer-Nickelliegierungen 207; in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; im Boden 226; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; Störung der Kobaltbestimmung in Legierungen 211
 Nickelacetat, Bestimmung 131
 Nickelbromid, Farbreaktionen mit Phosphinoxyden bzw. Dialkylphos-

- phinsäuren 356; zum Nachweis von Dialkylphosphinsäure 355
- Nickel-Chromlegierungen, Bestimmung von Schwefel in eisenfreien Nickel-Chromlegierungen 380
- Nickeldiacetyldioxim, turbidimetrische Bestimmung 133
- Nickel-Kupferlegierungen, Bestimmung von Nickel 207
- Nickeloxyd, Verwendung in der Elementaranalyse 283
- Nicotin, Nachweis auf Papierchromatogrammen 128; Nachweis und Unterscheidung von Anabasin 390; Abtrennung von Pyridin 172
- Nicotinalkaloide, Bestimmung im Tabakrauch 390
- Nicotyrin, Nachweis und Unterscheidung von Anabasin 390
- Niob. Abtrennung von Titan 150; von Tantal 442; Bestimmung in binären Legierungen mit Tantal und Zirkoniumlegierungen 379; photometrische Schnellbestimmung in Stählen 216, 217; Bestimmung in Carbidgemischen 229; Bestimmung von Germanium neben Niob 147
- Niobmetall, Untersuchung 217
- Niob-rhodanidkomplex zur Bestimmung von Niob in Stahl 217
- Niob-Tantalierz, Untersuchung 150
- Nitramine, Bestimmung 70
- p-Nitranilin, Nachweis 294
- Nitranilinderivate, Einfluß des pH -Wertes auf die Fällung von Zirkonium 31; von Thorium 25
- Nitrat, Störung des Schwefelwasserstoffanalysenganges durch Nitrationen 130
- Nitrate, Bestimmung organischer Nitrate 70
- Nitrit, zur Bestimmung von aromatischen Diaminen 69
- o-Nitroaminophenol, R_f -Wert 310
- p-Nitroanilinpikrat, stationäre Phase bei der Untersuchung organischer Lösungsmittel 433, 434
- m-Nitrobenzoesäurederivate, zur Bestimmung von Thorium 28
- m-Nitrobenzolsulfonsäure, polarographische Untersuchung 294
- Nitrocellulose, Bestimmung in Gegenwart von Celluloseharzen 383
- 3-Nitro-4-dimethylaminobenzaldehyd, zum Nachweis polykernaromatischer Kohlenwasserstoffe 293
- Nitrofuran, volumetrische Bestimmung 321
- 5-Nitro-2-furfuraldehyd-semicarbazon, Bestimmung 321
- N-(5-Nitro-2-furfuryliden)-1-aminohydantoin, Nachweis 236
- Nitroguanidin, Bestimmung von Ammoniumsalzen 149
- 1-Nitronaphthalin, stationäre Phase zur Trennung von Aromaten 293
- Nitroparaffine, Trennung 450
- p-Nitrophenoxyessigsäure, Reagens auf Thorium und Zirkonium 110; Reaktionen 105
- Nitrophenylbernsteinsäuren, als Adsorptionsindikatoren 186
- p-Nitrophenylendiamin, R_f -Wert 310
- Nitropropan, Trennung 450
- β -Nitroso- α -naphthol zur Bestimmung von Kobalt in Wein 74
- Nitroso R-Salz zur Bestimmung von Kobalt in Legierungen 211
- Nitroverbindungen, Bestimmung von Stickstoff 52
- Noradrenalin, Bestimmung 237; im Harn 398
- L-Noradrenalin, Identifizierung 237
- Novadral, R_f -Wert und Farbreaktion 238
- Noxyron, Bestimmung 235
- Nuklide, Analyse binärer Radionuklidmischungen 129
- Nylon, Oxydation 448
- Oberflächenaktive Stoffe, Bestimmung 307
- Octadecensäuren, Bestimmung der Lage der Doppelbindung zwischen den Kohlenstoffatomen C_6-C_{11} in trans-Octadecensäuren 64
- Octahydro-1,3,5,7-tetranitro-s-tetrazin, Bestimmung in Mischungen 453
- Octalin, Bestimmung verschiedener Isomere nebeneinander 237
- Octoat-Trocknungsmittel, Bestimmung von Zirkonium 305
- Octylaldehyd, Autoxydation 431
- Öle, Bestimmung von Phosphor in Motorölen 298; Nachweis von 7 Pyridinen in Druckvergasungsteerölen 79; Bestimmung von Tocopherolen 377
- Öllösungen, Bestimmung von Diäthylstilboestrol und Dipropionsäureester 459
- Ölsäure, Nachweis auf Papierchromatogrammen 128
- Optol, Bestimmung 68
- Orcin, als Adsorptionsindicator 181
- Organe, Nachweis der Disulfidform von Thiamin in tierischen Organen 463
- Organische Lösungsmittel, Erkennung von Peroxyden 75

- Organische Reagentien in der anorganischen Analyse 23, 30, 104, 109
- Organische Säuren, Bestimmung 60; Bestimmung von Sauerstoff in den Alkali- und Erdalkalisalzen 447; siehe auch Säuren
- Organische Verbindungen, Oxydation mit Hilfe von Perchlorsäure-Schwefelsäure 448; Nachweis auf Papierchromatogrammen mit Joddampf 128; derzeitiger Stand der chemischen Methode zur Bestimmung 57; spektralphotometrische Bestimmung im Infrarot 56; Bestimmung der Hydrierzahl 448; Bestimmung von einzelnen Elementen 202; des aktiven Wasserstoffs 201; von Kohlenstoff 50; von Kohlenstoff und Wasserstoff 52, 201; von Blei 72; Nachweis von Stickstoff 203; Bestimmung von Schwefel 52; von Fluor 447; von Chlor, Brom und Fluor 54
- Oscillographische Polarographie, Methodik 368
- Osmium, Fällung 135; Bestimmung 157; mikrogravimetrische Bestimmungsmethode 340; Bestimmung mit Tiron 446; mit Sulfanilsäure 446
- Oxalattest, im Blattgemüse 301
- Oxalsäure, Bestimmung 371; Titration 131, 451; Oxydation einer Mischung mit Citronensäure 35
- Oxalylehlorid, Bestimmung 61
- Oxinkomplexe Seltener Erden, papier-elektrophoretische Untersuchung 144
- N-Oxyd-Gruppe, Bestimmung in Pyridin-N-oxyd 296
- β, β' -Oxydipropionitril als stationäre Phase bei der Untersuchung von organischen Lösungsmitteln 434
- Oxytetracyclin, Bestimmung 388
- Pacatal, Bestimmung 387
- Palladium, Fällung 135; Bestimmung 140, 156; mit Zinn(II) 156; mit 2-Mercaptobenzthiazol oder 2-Mercaptobenzimidazol 157; Bestimmung in Erzen und Konzentraten 224
- Palmkern, Zinngehalt 253
- Palmkernfett, Nachweis in Schokolade und deren Zubereitungen 373
- Papaverin, Bestimmung von Atropin und Scopolamin 391
- Papierchromatographie, Elatographie als spezielle Art der Papierchromatographie 161; Variante der quantitativen Papierchromatographie 127; Verwendung der Doppel-Zersetzungs-Radiochromatographie 366; Verwendung zur Ionentrennung 429; Verteilungsverhalten von Metallnitraten 127; Nachweis organischer Verbindungen auf Papierchromatogrammen mit Joddampf 128; Verhalten von Phenoxyessigsäuren 366
- Papiere, Bestimmung von Silber in Photopapieren 232
- Papierfabrikation, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden (МЕРСК) 377 [L]
- Papierionophorese, zur Trennung von Dicarbonsäure bei 50 V/cm Spannungsgefälle 371
- Papieroberflächen, Einfluß von Carboxylgruppen der Papieroberfläche auf die Trennung von Guaninderivaten 65
- Papierscheiben-Säulenchromatographie, Gerät 136
- Pedrolon, R_f -Wert und Farbreaktion 238
- Pentanol, Abtrennung 286
- Pentedrin, R_f -Wert und Farbreaktion 238
- Perchlorsäure, Bestimmung 370
- Perchlorsäure-Schwefelsäure zur Oxydation von organischem Material 448
- Perjodat-Inositreaktion, Einfluß von pH und Temperatur 396
- Perlon, Oxydation 448
- Permanganat, zu Oxydationen in Gegenwart von Fluorid 418; Abtrennung von Uran 440
- Peroxyde, empfindlicher Nachweis 75; Erkennung in organischen Lösungsmitteln 75; in Fetten 75
- Peroxydsauerstoff, Bestimmung in Alkali- und Erdalkalisuperoxyden 231
- Perphenazin, Bestimmung 387
- Persulfat, Bestimmung in Butadien-Styrol-Latex 304
- Pervitin, R_f -Wert und Farbreaktion 238
- Petroleum, Bestimmung von Alkanthiolen 298
- Petroleum-Porphyrin-Ansammlungen, Bestimmung von polaren und unpolaren Porphyrinen 80
- Pflanzen, Bestimmung von Wachsen durch Chromatographie und Röntgendiagramme 382
- Pflanzenasche, Bestimmung von Zink 301
- Pflanzenmaterial, Bestimmung von Vanadium 381
- Pflanzenteile, Bestimmung von Carvon 460
- Pflanzliche Drogen, UV-spektrophotometrische Untersuchung 384

- Pflanzliches Material, Extraktion von Pigmenten 301
- pH -Wert, Titriergerät für Titrationsen bei konstantem pH -Wert 137; Einfluß auf die Perjodat-Inositreaktion 396; Maß für den Frischegrad von Seefisch und seinem Filet 77
- Pharmaceutica, Bestimmung von Kalium 456; von p-Hydroxypropionphenon 386; von Rotenon 457; von L-Ascorbinsäure 376; von Reserpin 393
- Pharmazeutische Analyse, im allgemeinen chemischen Praktikum 233
- Pharmazeutische Spezialitäten, Bestimmung von Cyanocobalamin 387
- Phenacetin, Bestimmung 458; in Tabletten 238, 386;
- p-Phenetidin, Nachweis 165
- Phenetidinderivate, Einfluß des pH auf die Fällung von Zirkonium 31; von Thorium 25
- p-Phenetidinsulfonsäure, Nachweis von p-Phenetidin, p-Aminophenolsulfonsäure und p-Aminophenol in p-Phenetidinsulfonsäure 165
- Phenobarbital, Nachweis 236; Bestimmung in Tabletten 233
- Phenol, als Adsorptionsindicator 187; Bestimmung mit Hilfe der rotierenden Platinelektrode 68
- Phenole, Zusammenhänge der R_f -Werte mit der Länge der Seitenkette 56; Bestimmung 62; gaschromatographische Analyse 68; Titration 63; differentialpotentiometrische und photometrische Titration 61; gaschromatographische Analyse zweiwertiger Phenole 68; Trennung chlorierter und zweiwertiger Phenole 68; Bestimmung in Haarfärbemitteln 309
- Phenol-Formaldehyd-Reaktionsprodukte, Untersuchung der niedermolekularen Reaktionsprodukte 302
- Phenolhalogenide, Identifizierung 58
- Phenothiazinderivate, Bestimmung 387
- Phenoxyessigsäuren, Reagentien auf Thorium und Zirkonium 110; Reaktionen 105; papierchromatographisches Verhalten 366
- Phenoxypropionsäuren, Reagentien auf Thorium und Zirkonium 110; Reaktionen 105
- Phenyläthylaminderivate, Identifizierung 237
- α -Phenyl- α -äthylglutarimid, Bestimmung 235
- Phenylbernsteinsäure, Adsorptionsindicator 186
- Phenylcinchonat, zur Bestimmung von Thorium 220
- α -Phenyl- α -(diäthylaminoäthyl)-glutarimid, Bestimmung 236
- o-Phenylendiamin, zur Bestimmung von Diacetyl 290
- m-Phenylendiaminderivate, zur Bestimmung von Thorium 28; Einfluß des pH auf die Fällung von Zirkonium 31; von Thorium 25
- Phenylendiamine, R_f -Werte 310; Bestimmung 69
- p-Phenylendiaminosulfonsäure, R_f -Wert 310
- Phenylfluoron, zur Bestimmung von Germanium 147; von Zinn 243
- Phenylgruppen, Bestimmung des Verhältnisses zu Methylgruppen in Silicopolymere 384
- Phenyl- α -Pyridyl-Ketoxim zur Bestimmung von Gold 436
- Phenylquecksilberverbindungen, Bestimmung und Abtrennung von anorganischen Quecksilbersalzen 48
- Phenylthioharnstoff, Bestimmung 5
- Phloroglucin, als Adsorptionsindicator 181, 187
- Pholedrin, R_f -Wert und Farbreaktion 238
- Phosgen, Bestimmung 61
- Phosphat, gravimetrische Bestimmung 90; Bestimmung in Mineralien und Düngemitteln 95; von calciumchloridlöslichem Phosphat im Boden 226; Störung der flammphotometrischen Calciumbestimmung 126; Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen in Gegenwart von Phosphat 53
- Phosphate, Bestimmung von anorganischen Phosphaten auf Papierchromatogrammen 366
- Phosphationen, Schnellbestimmung mit Cer(III)-maßlösung 1
- Phosphine, Farbreaktion tertiärer Phosphine mit 3,5-Dinitrobenzoesäure 358; Nachweis tertiärer Phosphine 355
- Phosphinoxyde, Farbreaktion 358; mit Nickelbromid 356; Nachweisreaktionen tertiärer Phosphinoxyde 354
- Phosphinsulfide, Farbreaktion mit Vanillin 358
- Phosphor, Bestimmung in Motorölen und Additiven 298; Bestimmung von Silicium neben Phosphor 146
- Phosphormolybdänsäure, zur Bestimmung von Streptomycin und Dihydrostreptomycin 388
- Phosphormolybdat, zur Trennung von Phenolen 294

- Phosphormolybdatotitankomplex zur Bestimmung von Titan 441
- Phosphororganische Verbindungen, Farbreaktionen 354
- Phosphorsäure, Bestimmung 370
- Phosphorwolframat, zur Trennung von Phenolen 294
- Photographische Emulsionen, Bestimmung von Silber 232
- Photographisches Material, Bestimmung von Silber 232
- Photometer, Filterphotometer für Konzentrationsbestimmungen im UV-Licht 136
- Phthalocyanine, Mischindikatoren mit Methylrot 359
- Phthalsäure, Bestimmung 371, 451
- Picoline, Nachweis in Druckvergasungsteeröl 79
- Pigmente, Extraktion aus pflanzlichem Material 301
- Pikraminsäure, R_f-Wert 310
- Pimelinsäure, Bestimmung 371
- α -(4-Piperidyl)-benzhydrolhydrochlorid, Bestimmung 394
- Plasma, Bestimmung von Ammoniak 313; von α -Aminosäurestickstoff 318; von Fettsäureestern nach der Hydroxamsäuremethode 397
- Plasmahämoglobin, Abtrennung 464
- Platin, Fällung 135; Bestimmung 140, 156, 157; Abtrennung von Zink 141; Bestimmung in Erzen und Konzentrat 224; in Tonerdekatalysatoren 230; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; auf die Palladiumbestimmung 157
- Platinbromwasserstoffsäure, zum Nachweis von Anabasin neben Nicotyrin und Nicotin 390
- Platinelektroden zur Bestimmung von Phenolen 68
- Platinmetalle, kritische Bewertung von verschiedenen Bestimmungsmethoden 155
- Plegicil, Bestimmung 387
- Plutonium, Bestimmung mit automatischem Titriergerät 434
- Polarographie, neue Wege 432; Methodik der oscillographischen Polarographie 368; Änderungen des Faraday- und Nicht-Faraday-Stroms in der „Square-wave“-Polarographie 432; Eignung einer rasch tropfenden Quecksilberelektrode 368; Anwendungen 254
- Polybutylmethacrylat, Bestimmung von Butylmethacrylat 304
- Polyester, Bestimmung von Dicarbonsäuren 303
- Polymere, Bestimmung des Styrolgehaltes 384
- Polyposphate, Bestimmung in Mayonnaisen 455
- Polysiloxane, Bestimmung 288
- Porphyrine, Isolierung von polaren und unpolaren Porphyrinen aus Petroleum-Porphyrin-Ansammlungen 80
- Potential, coulometrische Analyse bei kontrolliertem Potential 432
- Potentiometrie, an einer rotierenden Aluminiumelektrode 367
- Prednisolon, Abtrennung 166
- Pregnenolon, Abtrennung 166
- Priscol, Abtrennung 167
- Procain, Bestimmung von Adrenalin in Mischungen mit Procain 386
- Prochlorperazin, Bestimmung 387
- Progesteron, Abtrennung 166
- Propionsäure, papierchromatographische Bestimmung 62; Bestimmung in Kulturen 316
- Propylbarbital, Nachweis 236
- 9-Propyl-2,3,7-trihydroxy-6-fluoron, zur Bestimmung von Scandium 438
- Protector, Bestimmung von Vitamin A und D 77
- Proteine, Bestimmung in der Luft 202; Elektrophorese in homogenisierter Milch 76
- Proteinhydrolysate, Bestimmung 319
- Protocatechualdehyd, Bestimmung 294
- Protocatechusäure, Bestimmung 294
- Prüfröhrentechnik, zum Nachweis von Systox in Luft und organischen Stoffen 203
- Pulverförmige Salze, Remissionsverhalten 364
- Pyramidon, Bestimmung 458
- Pyridin, Lösungsmittel für Titration starker Säuren mit Tetrabutylammoniumhydroxydlösung 370; Abtrennung von Nicotin 172
- Pyridine, Trennung und Nachweis in Druckvergasungsteerölen 79
- Pyridin-N-Oxyd, Bestimmung der N-Oxydgruppe 296
- Pyrit, Bestimmung des Schwefelgehaltes 223; von Selen 444
- Pyrogallol, zur Bestimmung von Niob und Tantal in Legierungen 379; als Adsorptionsindicator 181, 187
- Quecksilber, Fällung 135; Titration 134; Trennung von Kupfer 139; von Zink 141; Bestimmung in biologischem Material 311; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; auf die Pal-

- ladiumbestimmung 157; Nachweis von Blei neben Quecksilber 323
 Quecksilberbromidlösung, zum Nachweis von Anabasin neben Nicotyrin und Nicotin 390
 Quecksilberelektrode, rasch tropfende Quecksilberelektrode in der Polarographie 368
 Quecksilber-Präcipitat, Bestimmung der Mengen, die durch die Haut aus Salben aufgenommen werden 313
 Quecksilbersalze, Trennung von Phenylquecksilberverbindungen 48
 Quercetin, Bestimmung 71, 234

 R-Säure, Trennung von G-Säure 165
 Radionuklid-Mischungen, Analyse binärer Radionuklid-Mischungen 129
 Radiopapierchromatographie, zur Bestimmung von Isoniacid 459
 Raffinade, Bestimmung von Feuchtigkeit 292
 Ramikal, Bestimmung von Vitamin A und D 77
 Ranzigkeit, Bestimmung in Fetten 75
 Raps, Zinngehalt 253
 Rattenfell, Bestimmung von Hydroxyprolin 398
 Rattenleber, Bestimmung von Hydroxyprolin 398
 Rattenmilz, Bestimmung von Hydroxyprolin 398
 Raufuttermittel, Zinngehalt 253
 Reaktionsabläufe, Untersuchung mit Dielektrizitätskonstanten 431
 Reaktionsgemische, Bestimmung von Isopren 302
 Reaktorwerkstoffe, Abtrennung der Seltenen Erden 219
 Rechenmaschinen, Verwendung der IBM 650-Rechenmaschine in der Massenspektrometrie 369
 Redoxkinetische Titrationsen, Durchführung 432
 Reisig, Zinngehalt 253
 Remissionsverhalten pulverförmiger Salze 364
 Reserpin, Abtrennung 166; Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 393
 Reserpsäure-Methylester, Abtrennung 166
 Resorcin, als Adsorptionsindicator 181, 187; Bestimmung 68; R_f -Wert 310
 Retentionsvolumen, in der Gaschromatographie 365
 R_f -Wert, Zusammenhang zwischen R_f -Wert und Länge der Seitenkette 56
 Rhenium, Fällung 135; Nachweis und photometrische Bestimmung 445; Abtrennung von Zink 141; Bestimmung in Molybdäniten 223
 Rhodanid, Nachweis in der Analyse 132; Bestimmung 183; argentometrische Bestimmung 188; Nachweis neben Halogeniden 151
 Rhodanide, zum Nachweis von Anabasin neben Nicotin und Nicotyrin 390
 Rhodanin, zur papierchromatographischen Trennung von Ketonen und Aldehyden 59
 Rhodium, Fällung 135; Bestimmung 140, 156
 Rinder-Rohalbuminfraktion, Untersuchung 315
 Rinderserum, Untersuchung 315
 R_M -Wert, Zusammenhang des R_M -Wertes mit der Länge der Seitenketten 56
 Röntgenspektralanalyse, Fehler 125
 Rohfaser, Bestimmung in Lebensmitteln 74
 Rohkupfer, Bestimmung von Nickel 206
 Rotenon, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 457
 Rotklee, Zinngehalt 253
 Rubeanwasserstoffsäure, zur Komplexbildung beim Nachweis von Peroxyden 75
 Rubidium, Bestimmung 431, 435
 Rübfettsäuren, Bestimmung 64
 Ruthenium, Fällung 135; Bestimmung 157
 Rutil-Anatas-Gemische, Untersuchung 432

 S-Wert, in der Gaschromatographie 356, 365
 Sabdaretin, Bestimmung 234
 Saccharose, Bestimmung in Mosten und Weinen 158; Bestimmung von Feuchtigkeit 292
 Säulenchromatographie, Papierscheibensäulenchromatographie 136
 Säureanhydride, Bestimmung 60
 Säure-Base-Indicatoren, Ursprung und Entwicklung 369
 Säuregrad, Bestimmung in Butterfett 76
 Säuren, Lösungsmittel für schwache Säuren, die in wäßriger Lösung nicht titriert werden können 63; Bestimmung durch Wasserdampfdestillation 454; Titration starker Säuren mit Tetrabutylammoniumhydroxydlösung 370; konduktometrische Titration sehr schwacher Säuren 63; differentialpotentiometrische und photometrische Bestimmung organischer

- Säuren 61; Bestimmung starker anorganischer Säuren 60; organischer Säuren 60; Mikrobestimmung organischer schwacher Säuren 62; Bestimmung von α, β -ungesättigten Säuren 289; siehe auch organische Säuren
- Salben, Bestimmung der Präcipitmengen, die durch die Haut aufgenommen werden 313; Bestimmung von Diäthylstilboestrol und Dipropionsäureester 459
- Salicylamid, Bestimmung 458
- Salpetersäure, Bestimmung 370
- Salz, Bestimmung in Käse 455; Bestimmung von Calcium und Magnesium 232
- Salze, thermometrische Titration in geschmolzenen Salzen 130; Remissionsverhalten pulverförmiger Salze 364; Trennung anorganischer Salze in nichtwäßrigen Medien 131
- Salzlösungen, Spurenanalyse 205
- Salzsäure, Bestimmung 370
- Samarium, Abtrennung als Oxinkomplex 144; Bestimmung in verschiedenen Reaktorwerkstoffen 219
- Saponin, Einfluß auf die papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 319
- Sarin, Probenahme im Gelände und Analyse 307
- Sauerstoff, Bestimmung in Beryllium 208; in Titan und Titanlegierungen 210; in niederen Oxydationsstufen des Titans 148; von Peroxyd- und Superoxydsauerstoff in Alkali- und Erdalkalisuperoxyden 231; des aktiven Sauerstoffs im Braunstein 17; in Alkali- und Erdalkalisalzen organischer Säuren 447
- Sauerstoff-Mangan-Verhältnis, Bestimmung im Braunstein 16
- Scandium, Bestimmung mit 9-Propyl-2,3,7-trihydroxy-6-fluoron 438; Abtrennung als Oxinkomplex 144; Bestimmung neben anderen Metallen 143
- Schamotte, Bestimmung von Aluminium und Titan 229
- Schimmelpilze, Schnellprüfung von Konservierungsmitteln gegen Schimmelpilze 456
- Schliffe, Isolierung nichtmetallischer Einschlüsse von der Oberfläche polierter Schliffe 206
- Schneldrehstähle, Bestimmung von Wolfram und Molybdän 218
- Schokolade, Nachweis der Fremdfette 372; der Fremdfettmengen der Kokosfettgruppe 373
- Schwefel, Bestimmung als Sulfat durch Titration mit Bleinitratlösung 52; Bestimmung in Eisen und Stahl 380; in Pyrit, Hochofenschlacke und sulfathaltigen Verbindungen 223; in organischen Verbindungen 52, 202; Bestimmung von Stickstoff in Gegenwart von Schwefel 52
- Schwefelkohlenstoff, Farbreaktion mit Phosphinoxyden, Natriumhydroxyd und Molybdat 358
- Schwefelsäure, Bestimmung 131, 370
- Schwefelverbindungen, gaschromatographisches Verhalten 286
- Schwefelwasserstoff, Oxydation zu Sulfat und Störungen im Analysengang 130
- Scopolamin, Bestimmung in Gegenwart von Papaverin und Spartein 391
- Sebacinsäure, Titration 451
- Sedimente, Bestimmung von Germanium 147
- Seefisch, Bestimmung des Frischegrades 77
- Seewasser, Bestimmung von Germanium 147
- Seitenketten, Abhängigkeit des R_M -Wertes von der Länge des Seitenketten 56
- Selen, Fällung 135; Bestimmung kleiner Mengen 443; Trennung von 4- und 6-wertigem Selen 444; Abtrennung von Zink 141; Bestimmung von Spuren in Blei oder Kupfer 378; Bestimmung in biologischem Material 311
- Sellerie, Zinngehalt 253
- Seltene Erden, flammenphotometrische Bestimmung 439; Papierelektrophorese der Oxinkomplexe 144; Abtrennung aus verschiedenen Metallen 219; Trennung von Thorium 115; Bestimmung neben Thorium 144; Bestimmung von Scandium neben Seltenen Erden 143
- Senna-Wirkstoffe, Bestimmung 460
- Serum, Immunelektrophoretische Untersuchung von Rindernormalserum 315; Bestimmung von Na, K und Ca 311; von Calcium 312, 396; von Sulfisoxalol und Sulfadimethoxin 461
- Serumeisen, Mikromethode zur Bestimmung 314
- Siccative, Bestimmung von Zirkonium in Zirkonium-Siccativen 305
- Silber, Fällung 135; Bestimmung 128, 140; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 368, 369; Titration mit

- Diphenylcarbazon 134; Bestimmung in Gegenwart von Halogenionen 232; Bestimmung im Boden 226; in photographischen Emulsionen, Filmen und Papieren 232; in biologischem Material 311; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 157; Nachweis von Blei neben Silber 323
- Silberacetatlösung, zur Bestimmung von Fettsäuren in anorganischen Phosphaten 366
- Silberchlorid, turbidimetrische Bestimmung 133
- Silberdithizonat, zur Bestimmung von Alkanthiolen in Kohlenwasserstoffen 298
- Silbernitrat zur Bestimmung von Isoniacid 459
- Silicate, Bestimmung verschiedener Elemente in aluminiumreichen Silicaten 221; von Kobalt mit Hexacyanoferrat(III) 218
- Silicatgesteine, Bestimmung von Alkali- und Erdalkalielelementen 220
- Silicium, Bestimmung in Gegenwart von Fluor und Phosphor 146; Bestimmung in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; in Glimmern 220; in Flotationsprodukten von Tonen und Bauxiten 221; Erkennung und Bestimmung von Verunreinigungen 210; Bestimmung von Spuren Bor 6
- Siliciumorganische Verbindungen, Bestimmung 287
- Siliciumstähle, Bestimmung von Schwefel 380
- Silicone, Bestimmung 288
- Siliconpolymere, Bestimmung des Verhältnisses von Methyl- und Phenylgruppen in Siliconpolymeren 384
- Soja, Zinngehalt 253
- Sojabohnenöl, Analyse 307
- Solochromcyanin, zum Nachweis von Aluminium 143
- Sorbinsäure, Bestimmung 78; in Margarine und Butter 453
- Sparteïn, Bestimmung von Atropin und Scopolamin 391
- Speisefette, Nachweis von Antioxydantien 373
- Spektralphotometer, zufällige Meßfehler 135
- Spektrographen, Erfahrungen mit direkt registrierenden Spektrographen im Eisenhüttenlaboratorium 214
- Spermöl, Analyse 307
- Sporenbildner, Bestimmung von Fettsäuren in Kulturen von Sporenbildnern 316
- Spurenelemente, Bestimmung im Boden 226; in Graphiten und Kohlegestein 297; in biologischem Material 311
- Squalan, Säulenmaterial bei der Untersuchung aromatischer Lösungsmittel 434
- „Square-wave“-Polarographie, Änderung des Faraday- und Nicht-Faraday-Stroms 432
- Stahl, Bestimmung von Kupfer 436; von Bor 143; von Aluminium 215; der Seltenen Erden aus hochlegierten Stählen 219; von Niob 216, 217; von Niob und Tantal 217; von Schwefel 380; von Schwefel in hochsilicierten oder Titanstählen 380; von Wolfram in legierten Stählen 217; von Wolfram und Molybdän in Schnelldrehstählen 218; von Kobalt mit Hexacyanoferrat(III) 218
- Stahlwerk, Erfahrungen mit Spektrographen in belgischen Stahlwerken 214
- Stemetil, Bestimmung 387
- Steroide, polarographische Bestimmung 461
- Stickoxyde, Bestimmung in der Luft 202
- Stickstoff, Bestimmung von Ammoniakstickstoff 136; Bestimmung in Metallen und Legierungen 205; in Titan und Titanlegierungen 210; in heterocyclischen sowie Azo-, Hydrazo- und Nitroverbindungen 52; flüchtiger basischer Stickstoff als Maß für den Frischegrad von Seefisch und seinem Filet 77; Bestimmung von Spuren in Erdölfraktionen 80; von α -Aminosäurestickstoff im Plasma 318
- Stickstoffhaltige Verbindungen, Nachweis auf Papierchromatogrammen 128
- Stickstoffverbindungen, Oxydation heterocyclischer Stickstoffverbindungen 448
- Streptomycin, Bestimmung 388
- Strontium, Bestimmung 430; Abtrennung 436; Trennung von Calcium 140; von Barium 438; von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; von Zirkonium 33; Bestimmung in aluminiumreichen Silicaten 221; in biologischem Material 311
- Strontium-90, Trennung von Calcium in Milch 160
- Strychnin, Bestimmung 87
- Strychnostinktur, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 393
- Styrol, Bestimmung des Gehaltes von Polymeren 384

- Styrol-Butadien-Latex, Bestimmung von Kaliumpersulfat 304
 Substanzen, Arbeitstechnik zur Handhabung luft- und feuchtigkeitsempfindlicher Substanzen 407
 Succinylfluoresceinverbindungen, Indikatoren bei argentometrischen Titrationen 186
 Sulfadiazin, analytische Reaktionen 39
 Sulfadimethoxin, Bestimmung in Blut und Serum 461
 Sulfaguanidin, analytische Reaktionen 39
 Sulfamerazin, analytische Reaktionen 39
 Sulfaminsäure, Bestimmung 370
 Sulfanilamid, analytische Reaktionen 39
 Sulfanilsäure, zur Bestimmung von Osmium 446
 Sulfapyridin, analytische Reaktionen 39
 Sulfat, Titration mit Bleinitratlösungen 52; Bestimmung in Natriumsulfat 231; in Bariumsulfat 437; von anorganischem Sulfat in Natriumlaurylsulfat 383; Bestimmung im Zellsaft von Pflanzen 311; Störung der flammenphotometrischen Calciumbestimmung 126
 Sulfathaltige Verbindungen, Bestimmung des Schwefelgehaltes 223
 Sulfathiazol, analytische Reaktionen 39; Bestimmung in Tabletten 233
 Sulfaverbindungen, Untersuchung 457
 Sulfide, zur Trennung von Kationen 130
 Sulfiderze, Bestimmung von Gold durch Extraktion 194
 Sulfidhaltige Proben, Bestimmung des Schwefelgehaltes 224
 Sulfisoxalol, Bestimmung in Blut und Serum 461
 Sulfitlaugen, Trennung der Lignosulfonsäure von Kohlenhydratsulfonsäuren aus den Sulfitlaugen der Zellstoffverarbeitung 300
 Sulfoharze, Einfluß der Lösungsmittel auf die Verteilung von Li, Na und K 138
 Sulfonamide, analytische Reaktionen verschiedener Sulfonamidverbindungen 38; Bestimmung 62; differentialpotentiometrische und photometrische Titration 61
 Superoxydsauerstoff, Bestimmung in Alkali- und Erdalkalisuperoxyden 231
 Systox, Nachweis in der Luft 203
 Tabakrauch, Bestimmung von Nicotinalkaloiden 390
 Tabletten, Bestimmung verschiedener pharmazeutischer Stoffe 233; von Furandantin 236; von Phenacetin 238; von Phenacetin Acetylsalicylsäure und Coffein 386; von Reserpin 393
 Tabun, Probenahme im Gelände und Analyse 307
 Tallharze, Analyse 300
 Tallöle, Analyse 300
 Tannenreis, Zinngehalt 253
 Tantal, Abtrennung von Titan 150; von Niob 442; Bestimmung in binären Legierungen mit Niob und in Zirkoniumlegierungen 379; im Stahl 217
 Tantal-Brenzcatechinkomplex zur Tantalbestimmung in Stahl 217
 Tantal-Nioberz, Untersuchung 150
 Tartrazin, zur Bestimmung von Zirkonium 442
 Teeröl, Nachweis von 7 Pyridinen in Druckvergasungsteerölen 79
 Tellur, Fällung 135; Abtrennung von Zink 141; Bestimmung von Spuren in Blei oder Kupfer 378
 Temperatur, Einfluß der Säulentemperatur auf die Trennung von Phenolen 68; Einfluß auf die Perjodat-Inositreaktion 396
 Terpentiniol, Untersuchung der Autoxydation 431
 Testosteron, Abtrennung 166
 Testosteronpropionat, Abtrennung 166
 Tetraäthyltetrazon, Bestimmung 287
 Tetraalkylphosphoniumhydroxyde, Nachweisreaktionen 355
 Tetraalkylphosphoniumsalze, Farbreaktionen mit m-Dinitrobenzol 357
 Tetraalkyltetrazone, quantitative Bestimmung 287
 Tetra-n-amylsilan, als Säulenmaterial bei Untersuchung aromatischer Lösungsmittel 433
 Tetra-n-butylammoniumbase, Untersuchung 286
 Tetra-butylammoniumhydroxydlösung, zur Titration starker Säuren 370
 Tetracyclin, Bestimmung 389
 Δ^2 -Tetrahydrophthalsäure, als Adsorptionsindicator 180
 Tetramethyldiphosphindisulfid, Nachweisreaktion 356
 Tetramethyltetrazon, Bestimmung 287
 3,4,5,6-Tetraphenyl- $\Delta^{3,5}$ -dihydrophthalsäure, als Adsorptionsindicator 180
 Tetraphenylborat, zum Nachweis von Kalium 138
 Tetraphenylphthalsäure, als Adsorptionsindicator 180
 Tetrazoliumsalze, Mikrotrennung 452
 Tetrazone, Bestimmung 287

- Thallium, Fällung 135; hochfrequenz-titrimetrische Bestimmung 369; Bestimmung in metallischem Cadmium 209; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 157; Bestimmung von Zink 205
- Thiamin, Nachweis der Disulfidform in tierischen Organen 463
- Thiamindiphosphat, Bestimmung 400
- Thiaminhydrochlorid, Bestimmung in Tabletten 233
- Thioacetamid, zur Bestimmung von Silber neben Halogenionen 232
- Thioarbitursäure, Malonaldehyd-Reaktion zur Bestimmung von Desoxyzuckern 291
- Thiocyanat, Bestimmung 183; argentometrische Bestimmung 188; siehe auch Rhodanid
- Thioharnstoff, Bestimmung 5; mercurimetrische Titration mit p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin als Indicator 3
- Thiooxin, zur Bestimmung von Mangan 152; zur Bestimmung von Molybdän in Legierungen neben Titan 212
- Thiophene, gaschromatographisches Verhalten 286; mercurimetrische Bestimmung 280
- Thiopropazat, Bestimmung 387
- Thiosemicarbazid, Bestimmung 5
- Thiosulfinate, Bestimmung 67
- Thiosulfonate, Bestimmung 67
- Thorium, Farbreaktionen und Tüpfeltest 42; Verfolgung der Reinigung durch Zonenschmelzverfahren 210; Bestimmung 197, 225; komplexometrische Bestimmung 274; Bestimmung mit Arsenazo 220, 439; mit Aryloxyfettsäuren 109; mit Maleanilinsäure 23; mit o-Carboxyphenylazo-chromotropsäure 269; Bestimmung neben anderen Metallen 145; Abtrennung von Fremdlionen 28; von Seltenen Erden und anderen Fremdlionen 115; Bestimmung mit Arsenazo in Erzen und Gesteinen 220; Bestimmung in Monazitsand 116, 225; Einfluß auf die Bestimmung von Scandium 143; Bestimmung der Seltenen Erden neben Thorium 144; von Uran 210
- Thymolblau, bei der Titration organischer Säuren 61; Indicator bei der Bleibestimmung in Lebensmitteln 74
- Thymolphthalin, bei der Titration organischer Säuren 61
- Thymoxyessigsäure, Reagens auf Zirkonium und Thorium 110; Reaktionen 105
- Tierische Organe, Nachweis der Disulfidform von Thiamin 463
- Tierkörpermehl, Zinngehalt 253
- Tinctura Aconiti, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 393
- Tinctura Strychni, Bestimmung des Alkaloidgehaltes 393
- Tiron, zur Bestimmung von Osmium 446
- Titan, Bestimmung als Phosphormolybdatotitankomplex 441; Trennung von Aluminium 148; Abtrennung der Seltenen Erden 219; von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; von Zirkonium 33; von Niob und Tantal 150; Bestimmung im Boden 226; in Schamotten und Tonen 229; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; Bestimmung von Cer neben Titan 228; von Sauerstoff in niederen Oxydationsstufen des Titans 148; von Sauerstoff und Stickstoff 210; von Molybdän neben größeren Mengen Titan in Legierungen 212; von Kobalt 211
- Titan(IV), Trennung von Uran 440
- Titan(IV)-chlorid, Trennung von Zinn(IV)-chlorid 148
- Titanlegierungen, Bestimmung von Sauerstoff und Stickstoff 210; von Kobalt 211
- Titanstähle, Bestimmung von Schwefel 380
- Titrationen, thermometrische Titration in geschmolzenen Salzen 130
- Titriergerät, für Titrationen bei konstantem p_H -Wert 137; zur Untersuchung von Plutoniumlösungen 434
- Tocopherole, Bestimmung in Ölen, Lebensmitteln und Futtermitteln 377
- Tolidin, Einfluß des p_H auf die Fällung des Zirkoniums 31; von Thorium 25
- Tolidinderivate, zur Bestimmung von Thorium 28
- p-Toluidin, Nachweis 294; Trennung von Anilin 164
- Toluidinderivate, Einfluß des p_H auf die Fällung von Zirkonium 31; von Thorium 25
- Toluol, gaschromatographische Untersuchung 433
- Toluoldiisocyanate, Bestimmung des Konzentrationsverhältnisses der Isomeren 292
- Toluol-3,4-dithiol, Verwendung 134; zur Bestimmung von Zinn 241
- Toluolhalogenide, Identifizierung 58
- p-Toluolsulfonsäure, Bestimmung 370
- Toluyldiamine, R_f -Wert 310

- Tone, Bestimmung von Calcium 226; von Al, Si und Fe in Flotationsprodukten 221; von Aluminium und Titan 229
- Tonerdehaltige Materialien, Bestimmung von Fluor 222
- Tonerdekatalysatoren, Bestimmung von Platin 230
- Tonic Water, Bestimmung von Chinin 392
- Trärgas, Verwendung verschiedener Trärgase in der Gaschromatographie 365
- Trägermaterial, Verdrängung der Feuchtigkeit aus gaschromatographischem Trägermaterial durch Ammoniak 365
- Treibmittel, Bestimmung von Celluloseacetat in Doppelbasis-Treibmitteln 305
- Triäthanolamin, bei der Bestimmung von Cu, U und Fe 254; R_f -Wert 309
- Triäthylphosphinsulfid, Nachweisreaktion 356
- Tributylamin, zur Bestimmung von Säuren und ihren Derivaten 60
- Trichlorphenoxyessigsäuren, papierchromatographisches Verhalten 366; Reagens auf Thorium und Zirkonium 110
- Triflupromazin, Bestimmung 387
- Trilafon, Bestimmung 387
- Trimethylamin, Maß für den Frischegrad von Seefisch und seinem Filet 77
- Trimethylbenzoesäuren, Bestimmung 295
- 2,3,5-Trimethyl-phenyloxyessigsäure, papierchromatographisches Verhalten 366
- Trinatriumphosphat, Bestimmung 131
- Trithium, Abtrennung von anderen Wasserstoffisotopen 137
- Triton B zur Bestimmung von Säuren und ihren Derivaten 60
- Tryptophan, Nachweis auf Papierchromatogrammen 128; Bestimmung 320
- Turbidimetrie, Grundsätzliches 133
- Ultramikroanalyse, Grundlagen und Apparatives 132
- Unlösliche Substanzen, qualitative Analyse 132
- Uran, Bestimmung 254; potentiometrische Bestimmung 169; polarographische Bestimmung 440; Bestimmung mit Arsenazo 439; Trennung von anderen Stoffen 440; Bestimmung neben Kupfer und Eisen 259; Abtrennung der Seltenen Erden 219; von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; von Zirkonium 33; Bestimmung in Thorium 210; in mineralischen Rohstoffen 380; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 157; Bestimmung von Cer neben Uran 228; von Thorium neben Uran 145
- Uran(IV), polarographische und amperometrische Bestimmung 445; Titration mit Kaliumdichromat 440
- Uranylacetat, Bestimmung 131
- Uranylchlorid, Bestimmung von Bor in Lösungen von Uranylchlorid 233
- Uranylnitrat, Bestimmung von Bor in Lösungen von Uranylnitrat 233
- Uranylzinkacetat, Bestimmung 131
- Urin, Bestimmung von Fluorid 314; von Harnstoff 65; siehe auch Harn
- Urinacidität, Bestimmung mittels Kalkwasser 310
- Uronsäuren, Apparat zur Semimikrobestimmung 66
- UV-Licht, Filterphotometer für Konzentrationsbestimmungen im UV-Licht 136
- Valamin, Abtrennung 394
- Valeriansäure, Bestimmung in Kulturen 316
- Vanadametrie, Anwendungen 44
- Vanadat, zur Trennung von Phenolen 294; Abtrennung von Uran 440; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 157
- Vanadium, Fällung 135; indirekte Bestimmung 101; papierchromatographische Bestimmung 127; Trennung von Thorium und Zirkonium 115; Bestimmung in Wein 159; in Ferrovanadin 380; in Pflanzenmaterial 381; Einfluß auf die Calciumemission in der Flamme 96; auf die Zinnbestimmung 243; auf die Bestimmung von Niob in Stählen 216; Störung der Kobaltbestimmung in Legierungen 211
- Vanadium(IV), Bestimmung 418
- Vanadium(V), Bestimmung 367
- Vanillin, Farbreaktion mit aliphatischen Phosphinsulfiden 358; Bestimmung 294
- Variaminblau, Indicator zur Bestimmung von Aluminium und Blei 333
- Vasculat, R_f -Wert und Farbreaktion 238
- Verdickungsmittel, Bestimmung in Mayonnaisen 455
- Verdunstungsanalyse, azeotroper Gemische 432
- Vergasungsteeröl, Nachweis von Pyridinen in Druckvergasungsteeröl 79

- Verteilungskoeffizienten, Bestimmung 432
- Verunreinigungen, polarographische Bestimmung in quecksilberlöslichen Metallen 205; Bestimmung in Zirkonium und Zirkoniumverbindungen 211
- Vesprin, Bestimmung 387
- Vitamin A, Bestimmung in Mischungen 77; in Futtermitteln 375
- Vitamin B₁₂, Mikrobiologische Bestimmung und Papierchromatographie 375
- Vitamin C, Bestimmung 77
- Vitamin D, Bestimmung in Mischungen 77; in Multivitaminmischungen 376
- Vitamine, Bestimmung 320
- Voltammetrie, an einer rotierenden Aluminiumelektrode 367
- Wachse, Analyse von Pflanzenwachsen durch Chromatographie und Röntgen-diagramme 382
- Walratöl, Analyse 307
- Waschapparatur, für wenig lösliche chemische Substanzen 136
- Waschmittel, Trennung von Alkanolamiden 308
- Waschreagens, zur Bestimmung von Alkoxygruppen 57
- Wasser, Löslichkeit von Thorium- und Zirkoniumsalzen in Wasser 110; Apparatur zur Herstellung von destilliertem Wasser mit Polyäthylen-Kühler und -Destillatauffanggefäß 371; Bestimmung in Braunkohle und Braunkohlenschwefelkoks 297; des Gesamtwassers im Körper 310; Bestimmung der Härte 123; von Germanium in Seewasser 147; Zinngehalt von Leitungswasser 253; Bestimmung von Jodid und Bromid neben einem Chloridüberschuß 204; von Phenolen in den Abwässern von Braunkohlen 68; siehe auch Feuchtigkeit
- Wasser-Äthanol-Calciumchlorid, Bestimmung der Alkoholtension 370
- Wasser-Alkoholgemische, Bestimmung von Kupfer 158
- Wasser-Furfurol-Äthylacetat, Untersuchung der Löslichkeitsgrenzen 434
- Wasserstoff, Abtrennung von Isotopen 137; Bestimmung in sauerstoffhaltigen Zirkoniumhydriden 345; Mikrobestimmung mit automatischer Verbrennungskontrolle 201; Bestimmung in organischen Verbindungen 52; des aktiven Wasserstoffs in organischen Verbindungen 201
- Wasserstoffisotopen, Trennung durch Gas-fest-Chromatographie 137
- Wasserstoffperoxyd, bei der Bestimmung von Eisen 152
- Wein, Bestimmung von Vanadium 159; von Fluor 159; von Kobalt 74; von Ameisensäure 160; von Saccharose 158
- Weizen, Zinngehalt 253
- White Oil, stationäre Phase bei Trennung von Schwefelverbindungen 286
- Wiesenfuchsschwanz, Zinngehalt 253
- Wiesenheu, Zinngehalt 253
- Wismut, Fällung 135; Bestimmung 436; Abtrennung von Thorium 28; von Uran 440; von Zirkonium 33; Bestimmung in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; Einfluß auf die Bestimmung von Scandium 143; auf die Bleibestimmung 73; Bestimmung von Verunreinigungen 205; Nachweis von Blei neben Wismut 323; Bestimmung von Blei in Wismut 205
- Wismutbromwasserstoffsäure, zum Nachweis von Anabasin neben Nicotyrin und Nicotin 390
- Wolfram, Fällung 135; Bestimmung in legierten Stählen 217; in Schnelldrehstählen 218; Einfluß auf die Zinnbestimmung 243; Bestimmung von Na, K und Ca in metallischem Wolfram 213; von Germanium neben Wolfram 147
- Wolframat, zur Trennung von Phenolen 294
- Wolframoxyde, Bestimmung von Na, K und Ca 213
- Xylenolorange, Indicator bei der Bleibestimmung 227
- Xylole, gaschromatographische Untersuchung 433; Trennung der isomeren Xylole 293
- Yohimbin, Nachweis auf Papierchromatogrammen 128
- Ytterbium, Bestimmung 439
- Yttrium, Bestimmung 439; Abtrennung als Oxinkomplex 144; Bestimmung von Scandium neben Yttrium 143
- Zellsaft, Bestimmung von Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Cl⁻ und SO₄²⁻ 311
- Zellstoff-Fabrikation, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden (Merck) 377 (L)
- Zellstoffverarbeitung, Trennung der Lignosulfonsäuren und Kohlenhydratsulfonsäuren aus den Sulfitlaugen der Zellstoffverarbeitung 300

Zement, Bestimmung von Chrom 230
Zink, isotopische Zusammensetzung 369; Fällung 135; papierchromatographische Bestimmung 127; Titration mit Methylrot als Adsorptions-indicator 438; Bestimmung als Sulfid 141; Trennung von Kupfer und Cadmium 139; von Thorium 28; von Thorium und Zirkonium 115; von Zirkonium 33; Bestimmung in Messing und Bronze 206, 207; in Cadmium 205; in Aluminium 210; in Thallium 205; in Silicium 210; in Blei 205; im Boden 226; in Pflanzenasche 301; in biologischem Material 311; Einfluß auf die Zinnbestimmung 241
Zinkbromidlösung, zum Nachweis von Anabasin neben Nicotin und Nicotyrin 390
Zinkstaub, Wertbestimmung 261
Zinn, Nachweis mit Hilfe von Lumineszenz 148; Bestimmung 436; in Zirkonium und seinen Verbindungen 212; im Boden 226; spektralphotometrische Bestimmung sehr geringer Mengen in biologischen und anderen Materialien 241
Zinn(II), zur Palladiumbestimmung 156; Fällung 135
Zinn(IV), Fällung 135; Trennung von Uran 440
Zinn(IV)-chlorid, Trennung von Titan(IV)-chlorid 148
Zinn(II)-ionen, zu coulometrischen Titrationen 367
Zirkonium, Bezugselement bei der Thoriumbestimmung in Monazitsand

225; Bestimmung 197; durch Röntgenspektralanalyse 125; mit Maleanilinsäuren 30; mit Aryloxyfettsäuren 109; Bestimmung mit Tartrazin 442; Trennung von verschiedenen Ionen 33; von Seltenen Erden und anderen Fremdionen 115; von Seltenen Erden 219; Bestimmung in Zirkonium-Siccativen 305; Einfluß des p_H -Wertes auf die Fällung mit verschiedenen Anilinderivaten 31; Einfluß auf die Bestimmung von Scandium 143; auf die Zinnbestimmung 243; Bestimmung von Verunreinigungen 211; von Cer neben Zirkonium 228; von Thorium neben Zirkonium 145; von Kobalt 211
Zirkonium-Eriochrome cyanin-Methode zur Bestimmung von Fluorid in Urin 314
Zirkoniumhydride, Bestimmung von Wasserstoff in sauerstoffhaltigen Zirkoniumhydriden 345
Zirkoniumlegierungen, Bestimmung von Niob und Tantal 379; von Kobalt 211
Zirkoniumsiccative, Bestimmung von Zirkonium 305
Zirkoniumverbindungen, Bestimmung von Verunreinigungen 211
Zucker, Ionophorese mittels der Borsäurekomplexe 452; Trennung durch Ionenaustausch 291; Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes 76
Zuckerrohrwachs, Untersuchung 382
Zwiebeln, Bestimmung von Quercetin 71

